(19) 日本国特許庁(JP)		(12) 公 開 4	(12) 公 開 特		報(A)	(11)特許出願公開番号 特開2005-179377
					(43) 公開日	(P2005-179377A) 平成17年7月7日(2005.7.7)
(51) Int.C1. ⁷		FI				テーマコード (参考)
A61K	7/00	A 6 1	K	7/00	С	4C083
A61K	7/021	A 6 1	Κ	7/00	N	
A61K	7/027	A 6 1	K	7/021		
A61K	7/06	A 6 1	K	7/027		
A61K	7/075	A 6 1	K	7/06		
		審査請求 未請求 !	請水	な項の数 4	書面 公開請求	(全 28 頁) 最終頁に続く
(21) 出願番号		特願2005-110296 (P2005-110296	3)	(71) 出願	人 391066319	
(22) 出願日		平成17年3月10日 (2005.3.10)			高級アルコール	レ工業株式会社
						大栄町吉岡字久茂富641番
				l	地の6	
				(72)発明		
						大栄町吉岡字久茂富641番
				(アルコール工業株式会社内
				(72)発明す		
						大栄町吉岡字久茂富641番
				(70) 98 88 -		アルコール工業株式会社内
				(72)発明報		L -
						大栄町吉岡字久茂宮641番
					1111/00 (6) (高級)	アルコール工業株式会社内

(54) 【発明の名称】 化粧料

(57)【要約】

【課題】 適度な粘性と粘着性、エモリエント性、または保湿性を具備し、保存安定性、形状保持特性、実用特性、皮膚安全性に優れた化粧料を提供することを目的とする。 【解決手段】 ジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸の反応モル当量が1.0:1.0~2.0:0.5~0.9の比率で縮合反応して得られるヒドロキシ化合物を含有することを特徴とする化粧料である。

(72) 発明者 前野 清

神奈川県茅ヶ崎市美住町15番41号

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項1】

ジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸の反応モル当量が1.0:1.0~2.0:0.5~0.9の比率で縮合反応して得られるヒドロキシ化合物を含有することを特徴とする化粧料。

【請求項2】

ヒドロキシ化合物は、ジグリセリンとイソステアリン酸とを縮合反応してエステル化合物を得、次いでこのエステル化合物とダイマー酸とを縮合反応して得られる請求項1に記載の化粧料。

【請求項3】

ヒドロキシ化合物は、ジグリセリンとイソステアリン酸とを反応モル当量が 1.0:1. $0 \sim 2.0$ の比率で縮合反応してエステル化合物を得、更にこのエステル化合物とダイマー酸とを反応モル当量が $1.0:0.5\sim 0.9$ の比率で縮合することを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の化粧料。

【請求項4】

ヒドロキシ化合物の粘度(60°)が2,000~25,000mPa・s、数平均分子量が2,000~7,000、水酸基価が30~80の範囲にあることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の化粧料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

[0001]

本発明は、ジグリセリンとイソステアリン酸とダイマー酸とを縮合反応して得られるヒドロキシ化合物を含有する、保存安定性、実用特性、皮膚安全性に優れた化粧料に関する

【背景技術】

[0002]

従来より、高い粘性または粘着性などを有するダイマー酸とのエステル化合物は知られている。(特許文献 1 ~ 5 参照。)

しかし、これらの物質は製造工程において高い粘性となり反応が困難となることから、 エステル化合物の粘性を高めることに問題が生じた。

[0003]

また、他の各種化粧料、油性基剤との相溶性または混和性に乏しく、これらのエステル化合物を含有する化粧料であってはその含有量に制限が生じ、目的の適度な粘性と粘着性、エモリエント性、保湿性などの実用特性に優れた化粧料を得ることが困難であった。

[0004]

すなわち、適度な粘性と粘着性、エモリエント性、または保湿性を付与する油性基剤が 求められ、しかもこの化粧料の保存安定性、実用特性、皮膚安全性に優れていることが望 まれていた。

[0005]

例えば、特定のトリアジン系紫外線吸収剤とトリグリセリンダイマレートイソステアレートを含有するW/O型乳化物であるサンスクリーン組成物が開示されている。このダイマー酸を含むエステル化合物は、W/O型乳化物の乳化剤としての作用が提案されているが、他の油性基剤との相溶性に乏しい。

[0006]

また、トリグリセリン(6 価のアルコール)とダイマー酸及びイソステアリン酸との縮合反応の工程では、高粘度物が生成するなど均一なエステル化合物が再現性良く得ることは困難であった。本発明に含有するヒドロキシ化合物とは、その構成及び効果において明らかに相違するものである。(特許文献 1 参照。)

[0007]

次いで、炭素数4~22の2価アルコールとダイマー酸とのエステル化合物として、デ

10

20

30

カンジオールとダイマー酸とのエステル化合物を、また、炭素数3~22の3価以上のアルコールとダイマー酸とのエステル化合物としてグリセリンとダイマー酸とのエステル化合物が油性基剤として例示されている。

(3)

[0008]

製造工程では、高分子量のポリマー、環状ポリマーが生成し工程を制御することと、再現性良く一定の品質を得ることは困難であり、合理的な生産には問題があった。本発明に含有するヒドロキシ化合物とは、その構成及び効果において明らかに相違するものである。 (特許文献 2 参照。)

[0009]

更に、2種以上の高級アルコール(ベヘニルアルコール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコール、フィトステロールなど)とダイマー酸とのエステル化合物が油性基剤として提案されている。これらのエステル化物の粘着性は少なく(ワックスタイプ)、本発明の油性基剤であるヒドロキシ化合物とは、その構成及び効果が明らかに相違する。(特許文献3参照。)

[0010]

また、本願出願人は、「ダイマー酸と硬化ヒマシ油を反応して得られる、数平均分子量が 2 、 0 0 0 \sim 8 、 0 0 0 0 であるオリゴマー」を含有する化粧料を提案している。このオリゴマーは、製造工程における再現性及び均一な品質を得るには、その粘度(6 0 ∞)は 1 、 0 0 0 \sim 6 、 0 0 0 、 数平均分子量は 2 、 0 0 0 \sim 8 、 0 0 0 、 水酸基価 5 0 \sim 9 5 の範囲に制限されるものであり、本発明に含有するヒドロキシ化合物とはその構成及び効果が相違し満足するものではなかった。(特許文献 4 参照。)

[0011]

更には、ダイマー酸と2価以上のアルコールとのオリゴマーエステルを、1 価のアルコール又は/及び1 価のカルボン酸でエステル化したエステル、若しくは、ダイマージオールと2 価以上のカルボン酸とのオリゴマーエステルを、1 価のアルコール又は/及び1 価のカルボン酸でエステル化したエステルを含有する油性基剤を含有する化粧料及び皮膚外用剤が提案されている。

[0012]

上記のエステルの具体例としては、次のエステルの製造方法が記載されている。ダイマー酸とダイマージオールとのオリゴマーエステルを製造した後、このオリゴマーエステルとイソステアリルアルコールでエステル化したエステル。(以下、ダイマー酸:ダイマージオール/イソステアリルアルコールと省略記載する。)

[0013]

ダイマー酸:ダイマージオール/ベヘニルアルコール、ダイマー酸:ダイマージオール /イソステアリン酸、ダイマー酸:ダイマージオール/混合アルコール (ベヘニルアルコ ール、イソステアリルアルコール、フィトステロール)、ダイマー酸:1,10ーデカン ジオール/混合アルコール (ベヘニルアルコール、フィトステロール)、ダイマー酸:ジ エチレングリコール/混合アルコール (ベヘニルアルコール、フィトステロール)

[0014]

そして、これらの油性基剤の粘度(60%)は、250~4, 200mPa·s、分子量3, 300~14, 800、また水酸基価は3. 4~18. 1 であることが記載されている。比較的低粘性で水酸基価も低く、粘着性に乏しいなど本発明に含有するヒドロキシ化合物とは明らかに相違する。(特許文献5参照。)

[0015]

すなわち、上記のダイマー酸を含む種々のエステル化合物は、後述のごとく本発明に含有するヒドロキシ化合物とは、その構成及び効果が明らかに相違するものである。

[0016]

【特許文献1】 ドイツ国特許公報 DE19724626

【特許文献 2 】 特開 2 0 0 2 - 2 7 5 0 2 0 号公報

【特許文献3】 特開2003-226609号公報

50

【特許文献 4】 特開 2 0 0 3 - 2 3 8 3 3 2 号公報

【特許文献 5】 特開 2 0 0 4 - 2 5 6 5 1 5 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

[0017]

解決しようとする課題は前記のごとく、適度な粘性と粘着性、エモリエント性、または保湿性を具備し、保存安定性、形状保持特性、実用特性、皮膚安全性に優れた化粧料を提供することである。

【課題を解決するための手段】

[0018]

本発明者等は、前述のごとく、種々のアルコール類とダイマー酸とのエステル化合物について、その有用特性に関し鋭意研究した結果、ジグリセリンとイソステアリン酸とダイマー酸とより得られるヒドロキシ化合物は、化粧料に利用する油性基剤として有用であることが認められた。すなわち、本発明に係るヒドロキシ化合物は、高い粘性と水酸基価を示しながら、他の一般に化粧料に利用される油性基剤との相溶性または混和性に優れている。

[0019]

高粘性(ペースト状)、または固型化粧料にあっては、固形化剤 [固型パラフィン、植物性ワックス(キャンデリラ、カルナバワックス、硬化ヒマシ油など)] の含有量を低減することが可能となり、形状保持特性 [低温(5℃)~髙温(45℃)での保存状態に変化が少ない。] と保湿性(エモリエント性)にも優れている。

[0020]

更に、この化粧料は、適度な粘性または粘着性、エモリエント性、または保湿性を具備し、保存安定性、実用特性、皮膚安全性に優れることを見出し、本発明を完成した。

[0021]

すなわち本発明は、

1. ジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸の反応モル当量が1. 0:1. 0~2. 0:0. 5~0. 9の比率で縮合反応して得られるヒドロキシ化合物を含有することを特徴とする化粧料。

2. ヒドロキシ化合物は、ジグリセリンとイソステアリン酸とを縮合反応してエステル化合物を得、次いでこのエステル化合物とダイマー酸とを縮合反応して得られる前記 1 に記載の化粧料。

3. ヒヒドロキシ化合物は、ジグリセリンとイソステアリン酸とを反応モル当量が 1.0 : $1.0 \sim 2.0$ の比率で縮合反応してエステル化合物を得、更にこのエステル化合物とダイマー酸とを反応モル当量が $1.0:0.5 \sim 0.9$ の比率で縮合することを特徴とする前記 1 または 2 に記載の化粧料。

4. ヒドロキシ化合物の粘度(60℃)が2,000~25,000m P a・s、数平均分子量が2,000~7,000、水酸基価が30~80の範囲にあることを特徴とする前記1~3のいずれかに記載の化粧料。

を提供する。

【発明の効果】

[0022]

本発明に含有するヒドロキシ化合物は、種々の粘度と水酸基価の値を有することから、その特性値を適宜選択し、化粧料に含有することが可能となる。本発明は、適度な粘性と粘着性、エモリエント性、または保湿性を具備し、保存安定性、形状保持特性、実用特性、皮膚安全性に優れた化粧料を提供するものである。

【発明を実施するための最良の形態】

[0023]

本発明で利用するジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸は、いずれも公知の原料成分であって、例えば、ジグリセリンは旭電化工業(株)製「K-COLII」、

10

20

30

イソステアリン酸は高級アルコール工業(株)製「イソステアリン酸 EX」、またダイマー酸はユニケマ社製「PRIPOL1009」を利用した。

[0024]

本発明に係るヒドロキシ化合物は、ジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸を1.0:1.0~2.0:0.5~0.9の比率(モル当量)で、通常の縮合反応により製造可能である。触媒としては、水酸化ナトリウム、パラトルエンスルホン酸、硫酸、塩酸、メタンスルホン酸、3フッ化硼素、フッ化水素等が適用される。好ましくは、後述のごとく本発明においては無触媒で、溶剤としてベンゼン、トルエン等を用いて反応する。また更に好ましくは、無触媒、無溶媒の条件で反応することによって、反復再現性良く、均一な品質のヒドロキシ化合物が得られ、触媒、溶剤が残存することがなく皮膚安全性に優れたヒドロキシ化合物が得られる。

[0025]

上記製造方法は反応時間が長く掛かることがやや欠点となることから、まず、ジグリセリンとイソステアリン酸とを縮合反応し(第1工程)、次いでダイマー酸を追加し更に縮合する(第2工程)製造方法は、反応時間を短縮することが可能となり好ましい。この場合、原料成分の組成は、ジグリセリン、イソステアリン酸、ダイマー酸の比率(モル当量)が、1.0:1.0~2.0:0.5~0.9であることが好ましい。

[0026]

ここで、第1工程のジグリセリンとイソステアリン酸の縮合物の特性は水酸基価が150~330の範囲のものが特に好ましく、これに対応するダイマー酸の所定量を用いて更に反応せしめ、目的とするヒドロキシ化合物の粘度、水酸基価を調整し製造することが容易となる。

[0027]

数平均分子量の測定法は、GPC(ゲルパーミエーションクロマトグラフィー)によるポリスチレン換算の相対分子量分布の測定であり、下記の条件による。

測定機種 東ソー(株)製 SC-8010システム

カラム Shodex KF-800D+KF-805L ×2本

溶離液 THF

温度 カラム恒温槽 40℃

流速 1.0 mL/min

濃度 約 0.2 wt%/vol%

注入量 100 μL 溶解性 完全溶解

検出器 示差屈折計(R1)

[0028]

以下に合成例 1 ~ 9、比較合成例 1 ~ 6 を記載し、得られたヒドロキシ化合物の特性値は、表 1 に記載する。

[0029]

合成例1 (触媒、溶剤あり)

攪拌装置、温度計、窒素ガス導入管及びディーンスターク水分計とコンデンサーを取り付けた1000mLの4つロフラスコに、ジグリセリン133g(0.80mol)、イソステアリン酸341g(1.20mol)、ダイマー酸337g(0.60mol)の3成分と、溶剤としてトルエンを160mL、触媒として水酸化ナトリウム0.32gを仕込み、窒素を少量(10mL/min)流しながら200~215℃に加熱し、生成水を溶剤と共沸させながら留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで(約5時間)反応を停止し、80℃まで冷却後取り出した。これに溶剤(トルエン)400mLを添加し、粘性を低下させた後、活性白土(水澤化学(株)製ガレオンアース)を22g添

10

30

50

加し約80℃で30分攪拌後、濾過し、触媒を吸着除去した。この濾液をロータリーエバポレーターを使用して溶剤を除去し、目的とするヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物625gを得た。(ジグリセリン:イソステアリン酸:ダイマー酸=1.0:1.5:0.75の反応モル当量比である。)

[0030]

合成例2 (触媒、溶剤なし)

[0031]

合成例3 (触媒、溶剤なし)

合成例 1 と同様の装置を用い、ジグリセリン 1 3 3 g (0 . 80mol) 、イソステアリン酸 2 2 8 g (0 . 80mol) 、及びダイマー酸 359g (0 . 64mol) の 3 成分を仕込み、窒素を 50mL/min 流しながら、 200~215 ℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで(約 6 時間)反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物 682g を得た。(ジグリセリン:イソステアリン酸:ダイマー酸 =1 . 0 : 1 . 0 : 0 . 8)

[0032]

合成例4 (触媒、溶剤なし)

[0033]

合成例5 (触媒、溶剤あり)

[0034]

合成例6 (触媒、溶剤なし)

 10

20

30

40

40

20

50

酸 2 2 4 g (0 . 4 0 m o 1) を仕込み、窒素を 5 0 m L / m i n 流しながら、 2 0 0 ~ 2 1 5 ∞ に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで(約6時間)反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物 6 6 2 g を得た。(ジグリセリン:イソステアリン酸:ダイマー酸 = 1 . 0 : 1 . 5 : 0 . 5)

[0035]

合成例7 (触媒、溶剤なし)

[0036]

合成例8(触媒、溶剤なし)

[0037]

合成例9 (触媒、溶剤なし)

[0038]

比較合成例1(トリグリセリン、イソステアリン酸、ダイマー酸縮合物)

合成例 1 と同様の装置を用い、トリグリセリン 1 2 0 g (0.5 m o 1) 、イソステアリン酸 2 8 5 g (1.0 m o 1) を仕込み、窒素を 5 0 m L / m i n 流しながら 2 0 0 \sim 2 2 0 ∞ に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで反応を停止し、トリグリセリンイソステアリン酸エステルを得た。前記装置に、得られたエステル化物 3 8 7 g とダイマー酸 5 6 g (0.10 <math>m o 1) を仕込み、窒素を 5 0 m L / m i n 流しながら、 2 0 0 \sim 2 1 5 ∞ に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物 4 8 3 g を得た。(特許文献 1 参照。合成例の記載なし。)

[0039]

比較合成例2 (グリセリン、ダイマー酸縮合物)

攪拌機、温度計、ガス導入管を備えた 5 0 0 m L の反応器に、水素添加ダイマー酸(ユ

30

40

ニケマ社製、PRIPOL1010) 175.0g (0.304mol) 及びグリセリン55.98g (0.608mol) を仕込み、窒素気流中220~240 $^{\circ}$ で生成する水を留去しながら3時間エステル化反応を行った。次いで未反応のグリセリンを滅圧下に留去することにより、目的物であるグリセリン水素添加ダイマー酸エステル187.1gを無色高粘度油状物として得た。高粘性生成物により、攪拌は困難であった。(特許文献2参照。)

[0040]

比較合成例3 (硬化ヒマシ油、ダイマー酸縮合物)

拇拌機、温度計、還流装置、窒素ガス供給ノズルを備えたガラス製5 Lの4つロフラスコに、硬化ヒマシ油(川研ファインケミカル(株)製、ヒマ硬 P) 2 0 0 0 g(1 . 9 2 m o 1)、ダイマー酸5 4 9 . 6 g(0 . 9 6 m o 1)、トルエン2 0 0 m L、パラトルエンスルホン酸8 . 2 gを加え、窒素気流下2 2 0 ℃に加熱し、酸価が2以下になるまで反応した後80℃に冷却、トルエン1 0 0 0 m Lを追加し温水洗浄して触媒を除き、減圧下でトルエンを留去し、硬化ヒマシ油とダイマー酸とのオリゴマー2 5 1 5 gを得た。(特許文献4参照。)

[0041]

比較合成例4(ダイマー酸、ダイマージオール、イソステアリルアルコール)

攪拌機、温度計、ガス導入管を備えた1Lの反応器に、水素添加ダイマー酸(ユニケマ社製、PRIPOL1006)200g(0.348mol)及びダイマージオール(ユニケマ社製、PRIPOL2033)137g(0.253mol)、ヘプタン137g、パラトルエンスルホン酸1.3gを仕込み、窒素気流中100~110℃で生成する水を留去しながら3時間エステル化反応を行い、中間体であるダイマー酸ダイマージオールオリゴマーエステルを得た。これにさらにイソステアリルアルコール(コグニス社製、Speziol C18 ISOC)47.9g(0.181mol)を仕込み、窒素気流中105~110℃で生成する水を留去しながら5時間エステル化反応を行った。冷却後、残存する触媒を水洗することにより除去し、ついで溶剤のヘプタンを回収することにより、目的のエステル355g淡黄色高粘度油状物として得た。(特許文献5参照。)

[0042]

比較合成例5(ジグリセリン、イソステアリン酸、ダイマー酸縮合物)

攪拌装置、温度計、窒素ガス導入管及びディーンスターク水分計とコンデンサーを取り付けた1000mLの4つロフラスコに、ジグリセリン133g(0.80mol)、イソステアリン酸341g(1.20mol)、及びダイマー酸449g(0.80mol)の3成分を仕込み、窒素を50mL/min流しながら、200~215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなる前に(約2時間)、粘度が急上昇し、攪拌困難になり反応を停止した。得られたヒドロキシ化合物は、黄色ゴム状物870gであり、取扱いが困難であった。また、溶剤(テトラヒドロフラン)にもほとんど溶解せず、得られたヒドロキシ化合物の物性測定、化学分析は実施困難であった。(ジグリセリン:イソステアリン酸:ダイマー酸=1.0:1.5:1.0)

[0043]

比較合成例6(ジグリセリン、イソステアリン酸、ダイマー酸縮合物)

比較合成例 5 と同様の装置を用い、ジグリセリン 1 3 3 g (0 . 8 0 m o 1) 、イソステアリン酸 3 4 1 g (1 . 2 0 m o 1) 、及びダイマー酸 2 2 4 g (0 . 4 0 m o 1) の 3 成分を仕込み、窒素を 5 0 m L / m i n 流しながら、 2 0 0 \sim 2 1 5 ∞ に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところ(約 6 時間)で反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物 6 6 2 g を得た。(ジグリセリン:イソステアリン酸:ダイマー酸 = 1 . 0 : 1 . 5 : 0 . 4)

[0044]

表1に、合成例1~9、比較合成例1~6の特性値を記載する。

[0045]

【表 1 】 合成例 1~9、比較合成例 1~6 に記載のヒドロキシ化合物の特性値

	粘度 (mPa·s、60℃)	数平均分子量	水酸基值	酸価
合成例 1	3500	4200	38.8	2.2
合成例 2	6900	5000	40.3	3.0
合成例 3	8400	5800	68.6	2.7
合成例 4	3900	3900	79.4	1.7
合成例 5	2500	2600	70.1	1.8
合成例 6	3100	3100	72.5	2.1
合成例 7	3000	2900	38.8	1.9
合成例 8	4600	4600	54.3	2.4
合成例 9	21000	6100	40.5	3.3
比較合成例 1	14900	2000	110.3	3.4
比較合成例 2	27000	2300	158.7	0.0
比較合成例 3	4400	3600	81.7	0.7
比較合成例 4	4200	14800	3.4	0.9
比較合成例 5	35000	測定困難	測定困難	測定困難
比較合成例 6	1300	1900	93.0	2.4

[0046]

試験例1 ヒドロキシ化合物の相溶性

合成例、比較合成例で得られたダイマー酸のエステル化物の相溶性試験を実施した。試験方法は、化粧料として通常利用される油性基剤(90質量%)を採用し、ダイマー酸のエステル化物類(10質量%)の各々なる混合物を80~90℃で均一に溶解した後、50℃まで攪拌冷却し、25℃の恒温室に保存した。1週間後の状態を目視により評価した。評価結果は、相溶ありは「○」、濁り、あるいはやや分離は「△」、完全分離は「×」の記号示し、表2に記載した。

[0047]

10

【表 2】

油性基剤	合成例3のエステル	合成例 7 のエステル	合成例9のエステル	比較合成例 1 のエステル	比較合成例 2 のエステル	比較合成例 3 のエステル
スクワラン	×	×	×	×	×	×
トリイソステアリン酸ホリグリセリルー2	0	0	0	0	0	Δ
リンゴ酸ジイソステアリル	0	0	0	0	0	Δ
イソノナン酸イソトリテジル	0	0	0	0	Δ	×
エチルヘキサン酸セチル	0	0	0	0	Δ	×
エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	0	0	0	0	Δ	×
ジェチルヘキサン酸ネオヘンチルグリコール	0	0	0	Δ	×	×
トリエチルヘキサノイン	0	0	0	Δ	×	×
トリエテルヘキサン酸トリメテロールプロバン	0	0	0	Δ	×	×
テトラエチルヘキサン酸ヘンタエリスリチル	0	0	0	Δ	×	×
テトライソステアリン酸ヘ・ンタエリスリチル	0	0	0	×	Δ	×

[0048]

試験例2 ヒドロキシ化合物の抱水性 (保湿性)

合成例、比較合成例で得られたダイマー酸のエステル化物の抱水性試験を実施した。35℃に保温した容器にダイマー酸のエステル化物(35℃)を10g秤量し、35℃の精製水を滴下して練りこみ、水が均一に混合出来なくなった時点で終了とした。25℃で24時間保存した後、測定した増水量と開始時の試料重量との比率を抱水量(%)として算出し、この抱水量で評価した。抱水量が300%以上のものは「◎」、200%以上300%未満のものは「○」、200%未満のものは「△」で評価結果を表示し、表3に記載した。

[0049]

【表3】

合成例 1 の	合成例 6 の	合成例 8 の
エステル	エステル	エステル
0	©	0
比較合成例 1 の	比較合成例2の	比較合成例 4 の
エステル	エステル	エステル
0	©	Δ

比較合成例2のエステルは抱水性に優れるが、表2に記載のごとく他の油性基剤との相溶性に乏しい。

[0050]

試験例3 ポリアミド樹脂との溶解性

合成例、比較合成例で得られたダイマー酸のエステル化物と増粘剤であるポリアミド樹脂(表 5 に記載)との溶解性試験を実施した。試験方法は、ダイマー酸のエステル化物類(9 5 質量%)とポリアミド樹脂(5 質量%)の各々なる混合物を90~100℃で均一に溶解した後、50℃まで攪拌冷却し、25℃の恒温室に保存した。1週間後の状態を目視により評価した。評価結果は、透明性が高いものは「○」、濁り、あるいはやや分離は「△」、完全分離は「×」の記号示し、表 4 に記載した。

[0051]

10

20

30

【表4】.

エステル化合物	合成例 2	合成例 4	合成例 5	比較合成例 2	比較合成例 3	比較合成例 4
ポリアミド樹脂	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド
評価結果	0	0	0	0	×	Δ

エステル化合物	合成例 2	合成例 4	合成例 5	比較合成例 2	比較合成例 3	比較合成例 4
ポリアミド樹脂	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド
評価結果	0	0	0	0	×	Δ

表4に示すように、合成例に記載されたエステル化物は、ポリアミド樹脂との溶解性が良好で、透明な固形ゲル化物が得られた。他の油性基剤の増粘剤(固形化剤)と比較して増粘効果に優れる。

[0052]

本発明に利用するヒドロキシ化合物は、表3、4に示すごとく、いずれも溶解性 (混和性) に優れていることは明らかである。

[0053]

本発明の化粧料には、O/Wクリーム、W/Oクリーム、サンケアクリーム、シャンプー、リンス、ヘアトリートメント、ヘアワックス、リップクリーム、リップスティック、ペースト状リップグロス、固形状リップグロス、ファンデーションなどが挙げられる。

[0054]

以下に、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの記載に限定されるものではなく、通常に利用される化粧料原料を本発明の目的を達成する範囲で適宜含有することが可能である。本発明に含有するヒドロキシ化合物を個々の特性を活かし選択することにより、目的に合った化粧料が容易に得られることが可能となった。

[0055]

実施例 1 ~ 1 3 、比較例 1 ~ 1 3 を調製し、下記に示す評価方法にて実用特性、保存安定性、及び皮膚安全性を評価した。実施例及び比較例に使用した原料成分は、表 5 に記載した。

[0056]

【表 5】

実施例及び比較例に使用した原料成分

10

20

製品名	成分名	サプライヤー
DPG-RF	DPG	クラレ
オリーブスクワラン	スクワラン	高級アルコール工業
ICEH	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	高級アルコール工業
ベヘニルアルコール 65	ベヘニルアルコール	高級アルコール工業
NIKKOL DGMS	ステアリン酸ポリグリセリル-2	日光ケミカルズ
NIKKOL Decaglyn 1-SV	ステアリン酸ポリグリセリル-10	日光ケミカルズ
リソレックス PGL101	ラウリン酸ポリグリセリル-10	高級アルコール工業
NIKKOL SS-10	ステアリン酸ソルビタン	日光ケミカルズ
TSF451-100A	ジメチコン	東芝シリコーン
ジオール PD	ペンチレングリコール	高級アルコール工業
トリオール VE	グリセリン	高級アルコール工業
アミソフト HS-11(P)	ステアロイルグルタミン酸Na	味の素
KELTROL T	キサンタンガム	=&
カーボポール ETD2050	カルポマー	日光ケミカルズ
リソレックス PGIS21	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	高級アルコール工業
リソレックス PGIS32	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-3	高級アルコール工業
リソレックス PGIS101	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	高級アルコール工業
KAK NDO	ジエチルヘキサン酸ネオペンテルグリコール	高級アルコール工業
レオパール TT	(パルミチン酸/エチルヘキサン酸)デキストリン	千葉製粉
精製マイクロクリスタリンワックス	マイクロクリスタリンワックス	日興リカ
MT-100TV	酸化チタン、水酸化アルミニウム、ステアリン酸	テイカ
エコオイル RS	ホホパ油	高級アルコール工業
リソレックス PGIS23	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	高級アルコール工業
リソカスタ MIS	イソステアリン酸水瓜ヒマシ油	高級アルコール工業
ポエム V-100	ステアリン酸グリセリル	理研ビタミン
アムレプス PC	パルミチン酸セチル	高級アルコール工業
セトステアリルアルコール	セトステアリルアルコール	高級アルコール工業
アーカード 22-80	ベヘントリモニウムクロリド	ライオン
カチオン DS	クオタニウム-18	三洋化成工業
エマレックス 606	ステアレス-8	日本エマルジョン
エマレックス 603	ステアレス・3	日本エマルジョン
メトローズ 60SH-4000	ヒドロキシブロピルメチルセルロース	信越化学工業
リポフロ— MN	ポリクオタニウム-7	ライオン
プロモイス シルク-1000Q	加水分解シルク	成和化成
BY22-029	高量合メチルポリシロキサン(1)	東レ・ダウコーニング・シリコーン
ネオライト 200P	ネオペンタン酸オクチルドデシル	高級アルコール工業
KAK TTI	トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン	高級アルコール工業
セレシン SP1020	セレシン	伊那貿易商会
ポリワックス 500	ポリエチレン	東洋ペトロライト

製品名	成分名	サプライヤー
ハイマレート DIS	リンゴ酸ジイソステアリル	高級アルコール工業
イーミックス-D	トコフェロール	エーザイ
NPDC	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	高級アルコール工業
KAK PTI	テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル	高級アルコール工業
CANDELILLA WAX SP-75	キャンデリラワックス	STRAHL & PITSCH INC.
タイペーク CR-30	酸化チタン	石原產業
ペンガラ	酸化鉄	癸巳化成
赤色226号	赤226	癸巳化成
Timiron MP-115	酸化チタン、マイカ	メルクジャパン
カチナール HC-100	ポリグオタニウム-10	東邦化学工業
オパゾリン LB-SF	ラウリルペタイン、水	東邦化学工業
アミゾール CDE	コカミドDEA	川研ファインケミカル
エルファコス GT 282S	セチアレス-60ミリスチルグリコール	ライオン
ネオスコープ CN-30SF	ココイルメチルタウリンNa、水	東邦化学工業
アルスコープ TH-330	ラウレス硫酸Na、水	東邦化学工業
GENAPOL PMS	ジステアリン酸グリコール	クラリアントジャパン
カチナール MPAS	ステアラミドプロピルベタイン	東邦化学工業
NIPAGIN M	メチルパラベン	クラリアントジャパン
ハイソルブ EPH	フェノキシエタノール	東邦化学工業
SH245	シクロメチコン	東レ・ダウコーニング・シリコーン
J-68-NHS	タルク	米国 US Cosmetics
NHS-TRI-77891	酸化チタン	米国 US Cosmetics
NHS-Y-77492	酸化鉄 (黄酸化铁)	米国 US Cosmetics
NHS-R-77491	酸化鉄 (赤酸化鉄)	米国 US Cosmetics
NHS-B-77499	酸化鉄 (黒酸化鉄)	米国 US Cosmetics
ESCALOL 557	メトキシケイヒ酸オクチル	ISP Technologies
CEH	エチルヘキサン酸セチル	高級アルコール工業
赤色201号	赤201	癸巳化成
赤色202号	赤202	癸巳化成
青色1号	青1	癸巳化成
Sylvactear A200V	アミド末端ポリアミド	米国 ArizonaCHEMICAL
KAK 139	イソノナン酸イソトリデシル	高級アルコール工業
DCグリッターゴールド	(PET/AI/エポキシ樹脂)ラミネート、酸化鉄	ダイヤケムコ
黄色5号	黄5	癸巳化成
Uniclear 100VG	エステル末端ポリアミド	米国 ArtzonaCHEMICAL
KAK PTO	テトラエチルヘキサン酸ペンタエリスリチル	高級アルコール工業
KAK TTO	トリエチルヘキサン酸トリメチロールプロバン	高級アルコール工業

評価方法

< 1 > 実用特性

被試験者男子10名、女子10名、合計20名によって、10日間で5回、各々の実施例、比較例を使用し評価した。塗布時の「油性感」、「粘着性」、「エモリエント性」などの各々の評価項目に対して化粧料の、良好ー普通ー悪い、との評価を最大点5から最小点0で示し、評価点の平均値が、

 $3. 5 \sim 5. 0 \rightarrow \lceil \bigcirc \rfloor$

 $2.5 \sim 3.4 \rightarrow \lceil \triangle \rfloor$

 $0 \sim 2 \cdot 4 \rightarrow \lceil \times \rfloor$

の記号でそれぞれ記載した。

< 2 > 保存安定性

実施例及び比較例を45℃の恒温室に3ヶ月間保存した後、また、一5℃と45℃を往復する恒温室に5回往復する期間保存した後に、固形物では発汗、変色、乳化物では乳化状態(分離の有無)、液状物では分離、着色などの外観を観察した。評価結果は、異常が認められない場合を良好とし「○」で示し、やや異常が認められる場合で実用上問題がない場合は「△」で示し、異常が認められる場合を不良とし「×」で示した。

<3>皮膚安全性

被試験者男子10名、女子10名、合計20名の前腕屈側部皮膚に、試料0.05gを、直径1.0cmのリント布の付いた円型パッチテスト用絆創膏を用いて24時間閉塞貼布する。絆創膏除去1時間後及び24時間後の被試験者20名の皮膚状態を、下記の評価基準に従い判定評価する。評価には、絆創膏除去1時間後及び24時間後のうち、反応の強いほうを採用することとし、(-)が20名のときは「〇」、(±)が1~2名のときは「△」、(±)が3名以上または(+)~(+++)が1名以上の場合は「×」で示した。尚、シャンプー、リンス、ヘアトリートメントは、0.5%の水溶液を試料とした。

(評価基準)

 (皮膚状態)
 (評価)

 紅斑、浮腫、水疱
 : (+++)

 紅斑、浮腫
 : (++)

紅斑 : (+)軽微な紅斑 : (±)

無紅斑、無浮腫 : (一)

【実施例】

[0058]

実施例1 スキンクリーム (〇/W型)

A成分、B成分を各々75~80℃に均一に溶解した後、B成分をA成分に攪拌しながら加入し、ホモミキサーによる乳化を行う。その後、攪拌しながら30℃まで冷却する。

10

20

30

40

		原料成分	96
(A)	1	DPG	10.00
•	2	スクワラン	8.00
•	3	合成例 1 のヒドロキシ化合物	2.00
•	4	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	7.00
•	5	ベヘニルアルコール	1.50
	6	ステアリン酸ポリグリセリル-2	1.50
•	7	ステアリン酸ポリグリセリル-10	1.50
•	8	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.50
	9	ステアリン酸ソルビタン	1.00
•	10	ジメチコン	0.30
•	11	ペンチレングリコール	2.50
(B)	12	グリセリン	5.00
•	13	ステアロイルグルタミン酸Na	0.40
•	14	キサンタンガム	0.20
	15	カルポマー	0.20
•	16	精製水	残量
·	17	水酸化K	0.05

[0059]

比較例1 スキンクリーム(0/W型)

実施例1の成分である合成例1のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例6を用いる他 は、実施例1と同様にしてスキンクリームを調製した。

`	关 施 例			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	ノームを嗣義
			実用特性	保存安定性	皮膚安全性
•	実施例	1	0	0	0
-	比較例	1	Δ	Δ .	0

実施例1のスキンクリームは適度な油性感が得られ、良好な評価を示したが、比較例1 のスキンクリームはベタツキ感があり、保存安定性に劣るものであった。

[0060]

実施例2 エモリエントクリーム (W/O型)

A成分、B成分、C成分を各々75~80℃に均一に溶解した後、B成分をA成分に攪 拌しながら加入し(ゲル相)、続いてゲル相にC成分を攪拌しながら徐々に加入し、ホモ ミキサーによる乳化を行う。その後、攪拌しながら30℃まで冷却する。

		原料成分	96
(A)	1	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	1.20
•	2	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-3	2.40
•	3		1.60
•	4	スクワラン	8.00
•	5	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	7.00
•	6	合成例 1 のヒドロキシ化合物	2.00
•	7	(パルミチン酸/エチルヘキサン酸)デキストリン	0.50
•	8	マイクロクリスタリンワックス	4.00
(B)	9	グリセリン	8.00
••	10	精製水	3.00
(C)	11	ペンチレングリコール	3.00
•	12	精製水	残量

[0061]

比較例 2 エモリエントクリーム (W/O型)

実施例2の成分である合成例1のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例1を用いる他は、実施例2と同様にしてエモリエントクリームを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	2	0	0	0
比較例	2	Δ	Δ	0

実施例2のエモリエントクリームでは、適度な油性感が得られ、良好な結果を示したが 、比較例2のエモリエントクリームはベタツキ感があり、保存安定性に劣るものであった

[0062]

実施例3 サンクリーム (W/O型)

予め、ホモミキサーを用いて成分9を成分5、6に分散させ、A成分、B成分、C成分を各々75~80℃に均一に溶解する。続いて、B成分をA成分に攪拌しながら加入し(ゲル相)、続いてゲル相にC成分を攪拌しながら徐々に加入し、ホモミキサーによる乳化を行う。その後、攪拌しながら30℃まで冷却する。

10

20

		原料成分	96
(A)	1	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	1.20
	2	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-3	2.50
•	3	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	1.20
•	4	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.30
•	5	スクワラン	8.00
	6	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	8.00
	7	合成例 2 のヒドロキシ化合物	1.00
•	8	(パルミチン酸/エチルヘキサン酸)デキストリン	0.50
	9	ジリコーン処理 徴粒子酸化チ タン	9.00
•	10	マイクロクリスタリンワックス	1.00
(B)	11	グリセリン	10.00
	12	精製水	4.00
(C)	13	ペンチレングリコール	3.00
•	14	精製水	残量

10

[0063]

比較例3 サンクリーム(W/O型)

実施例3の成分である合成例2のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例2を用いる他は、実施例3と同様にしてサンクリームW/Oを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	3	0	0	0
比較例	3	Δ	0	0

30

実施例3のサンクリームは、延びが良く、塗布時にはサッパリした感触が得られるが、 比較例3のサンクリームは、皮膚に塗布した際に重く、ベタツキ感があるなどの欠点が見 られた。

[0064]

実施例4 ヘアトリートメント

A 相、 B 相、 C 相の各成分を各々 $7.5 \sim 8.0$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ に加熱して均一に溶解し、攪拌しながら B 相を A 相に加入し、ホモミキサーによる乳化を行う。更に、攪拌しながら先の(A + B 40)相に C 相を加え、 3.0 $^{\circ}$ $^{\circ}$ まで冷却する。

		原料成分	%
(A)	1	水水バ油	1.00
•	2	ジエチルヘキサン 酸 ネオペンチルグリコール	3.00
•	3	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.50
•	4	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	2.00
•	5	イソステアリン酸水添ヒマシ油	1.00
•	6	合成例 7 のヒドロキシ化合物	2.00
•	7	ステアリン酸グリセリル	1.00
•	8	パルミチン酸セチル	0.50
•	9	セトステアリルアルコール	4.40
•	10	ベヘニルアルコール	1.10
•	11	ベヘントリモニウムクロリド	2.70
	12	クオタニウム-18	0.40
	13	DPG	2.00
•	14	ステアレス-6	1.50
	15	ステアレス-3	1.50
	16	ジメチコン	1.00
(B)	17	ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.30
•	18	ペンチレングリコール	3.00
•	19	ポリクオタニウム-7	1.00
•	20	精製水	残量
	21	加水分解シルク	0.01
(C)	22	高重合メチルポリシロキサン(1)	1.00

[0065]

比較例4 ヘアトリートメント

実施例4の成分である合成例7のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例3を用いる他は、実施例4と同様にしてヘアトリートメントを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	4	0	0	0
比較例	4	Δ	0	0

実施例 4 のヘアトリートメントは、洗髪後の毛髪に適度な油性感を与え、ゴワツキもみられなかった。一方、比較例 4 のヘアトリートメントは、残存する油剤が高い粘着性を示し、毛髪に違和感を生じた。

[0066]

実施例5 リップクリーム

全成分を95~100℃に均一溶解し、脱泡した後、金型に流し込み冷却してリップク

50

リームを調製した。

	原料成分	96
1	合成例 4 のヒドロキシ化合物	17.00
2	ネオペンタン酸オクチルドデシル	24.00
3	トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン	22.99
4	マイクロクリスタリンワックス (融点: 78℃)	4.00
5	セレシン (融点: 73~76℃)	6.00
6	ポリエチレン (融点: 88℃)	5.00
7	リンゴ酸ジイソステアリル	15.00
8	トリイソステアリン酸ポリグリセリル−2	6.00
9	トコフェロール	0.01

[0067]

比較例5 リップクリーム

実施例 5 の成分である合成例 4 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 2 を用いる他は、実施例 5 と同様にしてリップクリームを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	5	0	0	0
比較例	5	Δ	Δ	0

[0068]

実施例6 リップスティック

10

	原料成分	96
1	合成例3のヒドロキシ化合物	18.00
2	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	22.79
3	トリイソステアリン酸ペンタエリスリチル	19.00
4	マイクロクリスタリンワックス (融点: 78℃)	5.50
5	キャンデリラワックス (融点: 68~74℃)	5.80
6	ポリエチレン (融点: 88℃)	5.70
7	リンゴ酸ジイソステアリル	10.00
8	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	6.00
9	酸化チタン	1.00
10	酸化鉄 [ベンガラ]	1.20
11	赤色226号	0.20
12	酸化チタン、マイカ[酸化チタン被覆雲母]	4.80
13	トコフェロール	0.01

10

[0069]

比較例6 リップスティック

実施例 6 の成分である合成例 3 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 4 を用いる他は、実施例 6 と同様にしてリップスティックを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	6	0	0	0
比較例	6	Δ	0	0

30

40

実施例 6 のリップスティックは、唇に塗布した際に伸びが良く、 $5 \, \mathbb{C}$ 、 $2 \, 5 \, \mathbb{C}$ 、 $3 \, 5 \, \mathbb{C}$ の各々の温度で保存したときの硬度変化が少なく($5 \, \mathbb{C}$ での硬度: 0 . $4 \, 4 \, \mathrm{N}$ 、 $2 \, 5 \, \mathbb{C}$ での硬度: 0 . $3 \, 2 \, \mathrm{N}$ 、 $3 \, 5 \, \mathbb{C}$ での硬度: 0 . $1 \, 5 \, \mathrm{N}$)、形状保持特性に優れるものであった。比較例 $6 \, \mathrm{OU}$ ップスティックは塗布時の伸びが悪く、使用感に劣るものであった。また、温度変化による硬度変化が大きかった。($5 \, \mathbb{C}$ での硬度: 0 . $5 \, 9 \, \mathrm{N}$ 、 $2 \, 5 \, \mathbb{C}$ での硬度: 0 . $2 \, 3 \, \mathrm{N}$ 、 $3 \, 5 \, \mathbb{C}$ での硬度: 0 . $0 \, 6 \, \mathrm{N}$)

[0070]

実施例7 コンディショニングシャンプー

予め、合成例 5 のエステル化物と成分 3 ~ 4 を加熱溶解して加入する他は、通常の製法で、全成分を 7 5 ~ 8 0 ℃で加熱均一にし、溶解分散した後 3 0 ℃まで冷却する。

	原料成分	96
1	ポリクオタニウム-10	1.00
2	精製水	残量
3	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	1.5
4	ラウリン酸ポリグリセリル-10	1.0
5	合成例 9 のヒドロキシ化合物	0.5
6	ラウリルベタイン (30%水溶液)	10.0
7	コカミドDEA	4.0
8	ラウリルジメチルアミンオキシド (30%水溶液)	1.0
9	セチアレス-60 ミリスチルグリコール	2.0
10	ココイルメチルタウリンNa (30%水溶液)	27.0
11	ラウレス硫酸Na (30%水溶液)	23.0
12	ジステアリン酸グリコール	2.0
13	ペンチレングリコール	3.0
14	ステアラミドプロピルジメチルアミン	0.3
15	クエン酸 (10%水溶液)	3.5
16	高重合メチルポリシロキサン(1)	0.3

[0071]

比較例7 コンディショニングシャンプー

実施例7の成分である合成例9のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例3を用いる他は、実施例7と同様にしてコンディショニングシャンプーを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	7	0	0	0
比較例	7	Δ	0	0

実施例 7 のシャンプーは、洗髪後の毛髪に適度な油性感を与え、ゴワツキもみられなかった。一方、比較例 7 のヘアトリートメントは、残存する油剤が高い粘着性を示し、毛髪に違和感を生じた。

[0072]

実施例8 リンス

A 相、 B 相、 C 相の各成分を各々 7 5 ~ 8 0 ℃に加熱して均一に溶解し、攪拌しながら B 相を A 相に加入し、ホモミキサーによる乳化を行う。更に、攪拌しながら先の(A + B)相に C 相を加え、 3 0 ℃まで冷却する。

10

20

30

		成分	%
(A)	1	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	1.00
•	2	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.50
-	3	トリイソステアリン 酸ポ リグリセリル-2	1.00
•	4	合成例 7 のヒドロキシ化合物	1.00
•	5	ステアリン酸グリセリル	1.00
•	6	パルミチン酸セチル	0.50
•	7	セトステアリルアルコール	1.60
•	8	ベヘニルアルコール	0.40
•	9	ベヘントリモニウムクロリド	2.70
•	10	クオタニウム-18	0.30
•	11	DPG	2.00
•	12	ステアレス-3	1.30
•	13	ステアレス-6	1.80
(B)	14	ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.40
•	15	DPG	1.25
•	16	メチルパラペン	0.11
•	17	フェノキシエタノール	0.50
•	18	ポリクオタニウム-7	1.00
•	19	精製水	残量
•	20	加水分解シルク	0.01
(C)	21	高重合メチルポリシロキサン(1)	0.30
•	22	クエン酸 (10%水溶液)	0.10
	23	クエン酸Na (10%水溶液)	0.40

[0073]

比較例8 リンス

実施例8の成分である合成例7のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例6を用いる他は、実施例8と同様にしてリンスを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	8	0	0	0
比較例	8	Δ	0	0

実施例 8 のリンスは、洗髪後の毛髪に適度な油性感を与え、ゴワツキもみられなかった。一方、比較例 8 のリンスは、洗髪後の櫛通りが悪く、毛髪が櫛に引っかかるなどの欠点が見られた。

[0074]

実施例9 ファンデーション

成分1~成分5、成分11~成分12を90℃で溶解した後、ホモディスパーによる攪拌を行いながら、成分6~成分10を加えて均一分散させる。脱泡し、75℃付近で金皿等に流し込み成型する。

	原料成分	%
1	合成例 6 のヒドロキシ化合物	3.00
2	ポリエチレンワックス (融点: 88℃)	5.00
3	セレシン (融点: 73~76℃)	8.00
4	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	残量
5	シクロメチコン	10.00
6	タルク	6.00
7	酸化チタン	10.00
8	酸化鉄 [赤酸化鉄]	1.50
9	酸化鉄 [黄酸化鉄]	3.00
10	酸化鉄 [黑酸化鉄]	1.50
11	メトキシケイヒ酸オクチル	2.00
12	トコフェロール	0.05

20

10

[0075]

比較例9 ファンデーション

実施例9の成分である合成例6のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例3を用いる他は、実施例9と同様にしてファンデーションを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	9	0	0	0
比較例	9	Δ	0	0

30

実施例 9 のファンデーションは、皮膚に塗布した際にベタツキ感がなく、使用性に優れていたが、比較例 9 のファンデーションは、塗布後にベタツキ感が見られ使用性に劣るものであった。

[0076]

実施例10 ヘアワックス

A相、B相の各成分を各々75~80℃に加熱して均一溶解し、攪拌しながらA相をB相に加入し、ホモミキサーによる乳化を行い、30℃まで冷却する。

40

		原料成分	%
(A)	1	合成例 8 のヒドロキシ化合物	3.0
•	2	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	5.1
•	3	セレシン	3.9
•	4	キャンデリラワックス	5.2
•	5	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	2.2
•	6	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	3.8
•	7	ジメチコン	2.0
•	8	シクロメチコン	1.0
•	9	ベヘニルアルコール	2.7
•	10	ステアリン酸グリセリル	2.7
•	11	ペンチレングリコール	3.0
•	12	ステアレス-6	1.0
(B)	13	ステアロイルグルタミン酸Na	0.6
•	14	ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.6
•	15	精製水	残量

[0077]

比較例10 ヘアワックス

実施例10の成分である合成例8のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例1を用いる他は、実施例10と同様にしてヘアワックスを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	10	0	0	0
比較例	10	Δ	0	0

実施例10のヘアワックスは、塗布時に毛髪に適度な油性感を与え、毛髪のセット効果 も高かった。一方、比較例5のヘアワックスは、塗布時にベタツキ感が感じられ、また櫛 通りが悪い欠点が見られた。

[0078]

実施例11 ペースト状リップグロス

成分 $1\sim5$ を 7 $0\sim8$ 0 \mathbb{C} に均一溶解し、更に、成分 $6\sim9$ を加え、均一混合する。 3 0 \mathbb{C} まで冷却し、適当な容器に充填し、ペースト状リップグロスを得た。

	原料成分	%
1	合成例 9 のヒドロキシ化合物	40.00
2	トリイソステアリン酸ペンタエリスリチル	35.00
3	エチルヘキサン酸セチル	3.00
4	リンゴ 酸 ジイソステアリル	13.77
5	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	5.00
6	酸化チタン	1.50
7	酸化鉄 [ペンガラ]	1.50
8	赤色201号	0.10
9	赤色202号	0.08
10	青色1号	0.05

. – – . .

[0079]

比較例11 ペースト状リップグロス

実施例11の成分である合成例9のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例2を用いる 他は、実施例11と同様にしてペースト状リップグロスを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	11	0	0	0
比較例	11	Δ	Δ	0

[0080]

実施例12 リップグロス (パレットタイプ)

成分1~6を90~100℃に均一溶解し、更に、成分7~9を加え、均一混合する。 その後、皿状の容器に流し込み30℃まで冷却してパレットタイプのリップグロスを得た ഹ

	原料成分	%
1	合成例 3 のヒドロキシ化合物	25.00
2	アミド末端ポリアミド	6.00
3	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	36.50
4	イソノナン酸イソトリデシル	8.00
5	リンゴ酸ジイソステアリル	15.00
8	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	6.00
7	合成金雪母	3.00
8	赤色201号	0.20
9	黄色5号	0.30

[0081]

比較例12 リップグロス (パレットタイプ)

実施例 1 2 の成分である合成例 3 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 4 を用いる他は、実施例 1 2 と同様にしてパレットタイプのリップグロスを調製した。

(評価)

20

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	12	0	0	0
上較例	12	Δ	0	0

実施例 1 2 のパレットタイプのリップグロスは、唇に適度な被膜感を与え、延びが良くベタツキも少ない。一方、比較例 1 2 のリップグロスは、唇に塗布した際に被膜感が少なく、使用性に劣るものであった。

[0082]

30

実施例13 リップグロス (パレットタイプ)

	原料成分	%
1	合成例 5 のヒドロキシ化合物	38.50
2	エステル末端ポリアミド	4.00
3	テトラエチルヘキサン酸ペンタエリスリチル	25.00
4	トリエチルヘキサン酸トリメチロールプロパン	10.00
5	リンゴ酸ジイソステアリル	12.00
6		5.00
7	(PET/AI/エポキシ樹脂)ラミネート、酸化鉄	5.00
8	赤色201号	0.20
9	黄色5号	0.30

40

[0083]

比較例13 リップグロス (パレットタイプ)

実施例13の成分である合成例5のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例6を用いる他は、実施例13と同様にしてパレットタイプのリップグロスを調製した。

(評価)

		夹用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	13	0	0	0
比較例	13	Δ	0	0

実施例 1 3 のパレットタイプのリップグロスは、唇に適度な被膜感を与え、延びが良くベタツキも少ない。一方、比較例 1 3 のリップグロスは、唇に塗布した際に被膜感が少なく、使用性に劣るものであった。

フロントページの続き

(51) Int.Cl.⁷

FΙ

テーマコード (参考)

A 6 1 K 7/08 A 6 1 K 7/11 A 6 1 K 7/48 A 6 1 K 7/075 A 6 1 K 7/08 A 6 1 K 7/11 A 6 1 K 7/48

下ターム(参考) 4C083 AA122 AB032 AB232 AB242 AB432 AC012 AC022 AC072 AC112 AC122 AC324 AC354 AC354 AC354 AC355 AC392 AC421 AC422 AC432 AC442 AC442 AC482 AC562 AC642 AC662 AC692 AC782 AC792 AC862 AD042 AD052 AD052 AD092 AD132 AD152 AD282 AD352 AD412 AD662 CC05 CC12 CC13 CC33 CC33 CC38 CC39 DD11 DD21 DD22 DD32 DD33 EE01 EE06 EE07 EE09

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2005-179377

(43) Date of publication of application: 07.07.2005

(51)Int.Cl.

A61K A61K

(21)Application number : 2005-110296

(71)Applicant: KOKYU ALCOHOL KOGYO CO

LTD

(22)Date of filing:

10.03.2005

(72)Inventor: TAKEDA KYOICHI

KOKEGUCHI YUKI YOSHIDA MARI MAENO KIYOSHI

(54) COSMETIC

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prepare a cosmetic having suitable viscosity, tackiness, emollient properties, or moistness and excellent in storage stability, shape retention, practical usability, and skin safeness.

SOLUTION: This cosmetic contains a hydroxy compound yielded by the condensation reaction of diglycerin, isostearic acid, and a dimer acid in a ratio of reaction molar equivalent of 1.0: 1.0-2.0: 0.5-0.9.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]

Cosmetics characterized by containing the hydroxy compound with which the reaction mol equivalent of diglycerol, isostearic acid, and dimer acid carries out a condensation reaction, and is obtained by the ratio of 1.0:1.0-2.0:0.5-0.9.

[Claim 2]

Hydroxy compounds are cosmetics according to claim 1 which carry out the condensation reaction of diglycerol and the isostearic acid, obtain an ester compound, and are obtained by subsequently carrying out the condensation reaction of this ester compound and dimer acid.

[Claim 3]

Hydroxy compounds are cosmetics according to claim 1 or 2 which the reaction mol equivalent carries out the condensation reaction of diglycerol and the isostearic acid by the ratio of 1.0:1.0-2.0, and are characterized by obtaining an ester compound and the reaction mol equivalent condensing this ester compound and dimer acid by the ratio of 1.0:0.5-0.9 further.

[Claim 4]

Cosmetics according to claim 1 to 3 characterized by for the viscosity (60 degrees C) of a hydroxy compound having 2,000-7,000, and a hydroxyl value in 2,000 - 25,000 mPa-s, and number average molecular weight having in the range of 30-80.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[Field of the Invention]

[0001]

This invention relates to cosmetics excellent in the preservation stability containing the hydroxy compound obtained by carrying out the condensation reaction of diglycerol, isostearic acid, and the dimer acid, a practical use property, and skin safety.

[Background of the Invention]

[0002]

The ester compound with the dimer acid which has viscosity or adhesiveness higher than before etc. is known. (One to patent reference 5 reference.)

However, since these matter became high viscosity in the production process and the reaction became difficult, the problem arose to raise the viscosity of an ester compound.

Moreover, it was lacking in other compatibility or miscibilities with various cosmetics and an oily basis, and it difficult to obtain the cosmetics which the limit arose in the content if it was the cosmetics containing these ester compounds, and were excellent in practical use properties, such as moderate target viscosity and moderate target adhesiveness, emollient nature, and moistness.

That is, the oily basis which gives moderate viscosity and moderate adhesiveness, emollient nature, or moistness was called for, and to excel in the preservation stability of these cosmetics, a practical use property, and skin safety moreover was desired.

[0005]

For example, the sun screen constituent which are a specific triazine system ultraviolet ray absorbent and a W/O mold emulsification object containing triglycerol dimer rate isostearate is indicated. The ester compound containing this dimer acid is lacking in compatibility with other oily bases, although the operation as an emulsifier of a W/O mold emulsification object is proposed.

Moreover, it was difficult for a uniform ester compound -- a hyperviscous object generates -- to obtain with sufficient repeatability at the process of a condensation reaction with triglycerol (alcohol of 6 **), dimer acid, and isostearic acid. The hydroxy compound contained in this invention is clearly different in the configuration and effectiveness. (Patent reference 1 reference.)

Subsequently, the ester compound of a glycerol and dimer acid is illustrated as an oily basis in the ester compound of the Deccan diol and dimer acid again as an ester compound of the alcohol more than trivalent [of carbon numbers 3-22], and dimer acid as an ester compound of the dihydric alcohol of carbon numbers 4-22, and dimer acid.

It is difficult for the polymer of the amount of macromolecules and an annular polymer to generate, and to control a process by the production process, and to acquire fixed quality with sufficient repeatability, and there was a problem in rational production. The hydroxy compound contained in this invention is clearly different in the configuration and effectiveness. (Patent reference 2 reference.)

[0009]

Furthermore, the ester compound of two or more sorts of higher alcohol (behenyl alcohol, stearyl alcohol, isostearyl alcohol, phytosterol, etc.) and dimer acid is proposed as an oily basis. There is little adhesiveness of these esterification objects (wax type), and the configuration and effectiveness are clearly different from the hydroxy compound which is the oily basis of this invention. (Patent reference 3 reference.)

[0010]

Moreover, the applicant for this patent has proposed the cosmetics containing "the oligomer which is reacted and obtained in dimer acid and hydrogenated castor oil and whose number average molecular weight is 2,000-8,000." In order for this oligomer to have acquired the repeatability and the uniform quality in a production process, the hydroxy compound which 1,000-6,000, and number average molecular weight are restricted to the range of 2,000-8,000, and hydroxyl values 50-95, and contains that viscosity (60 degrees C) in this invention was not what that configuration and effectiveness are [what] different and satisfy. (Patent reference 4 reference.)

[0011] Furthermore, the cosmetics and skin external preparations containing the oily basis containing the ester which esterified the ester which esterified the oligomer ester of dimer acid and the alcohol more than divalent with univalent alcohol or/and a univalent univalent carboxylic acid, or the oligomer ester of dimer diol and the carboxylic acid more than divalent with univalent alcohol or/and a univalent univalent carboxylic acid are proposed.

The manufacture approach of the following ester is indicated as an example of the above-mentioned ester. This oligomer ester after manufacturing the oligomer ester of dimer acid and dimer diol, and ester esterified with isostearyl alcohol. (The following, dimer acid: Carry out an abbreviation publication with dimer diol / isostearyl alcohol.)

Dimer acid: Dimer diol / behenyl alcohol, dimer acid:dimer diol / isostearic acid, and dimer acid:dimer diol / mixed alcohol (behenyl alcohol, isostearyl alcohol, phytosterol), dimer acid:1, 10-Deccan diol / mixed alcohol (behenyl alcohol, phytosterol), a dimer acid:diethylene glycol / mixed alcohol (** HENIRU alcohol, phytosterol)

And as for the viscosity (60 degrees C) of these oily bases, it is indicated that 250 - 4,200 mPa-s, molecular weight 3,300-14,800, and a hydroxyl value are 3.4-18.1. It is clearly different from the hydroxy compound contained in this invention -- a hydroxyl value is also comparatively low on low viscosity, and it is lacking in adhesiveness. (Patent reference 5 reference.)

Namely, as for the hydroxy compound which contains the various ester compounds containing the above-mentioned dimer acid in this invention like the after-mentioned, the configuration and effectiveness are clearly different.

[0016]

[Patent reference 1] The Germany patent official report DE19724626 [the patent reference 2] JP,2002-275020,A

[Patent reference 3] JP,2003-226609,A

[Patent reference 4] JP,2003-238332,A

Patent reference 5] JP,2004-256515,A

[Description of the Invention]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]

The technical problem which it is going to solve is offering the cosmetics which possessed moderate viscosity and moderate adhesiveness, emollient nature, or moistness, and were excellent in preservation stability, a configuration maintenance property, a practical use property, and skin safety like the above.

[Means for Solving the Problem]

[0018]

As a result of this invention person's etc. inquiring wholeheartedly about the useful property about the ester compound of various alcohols and dimer acid like the above-mentioned, it was admitted that the hydroxy compound obtained from diglycerol, isostearic acid, and dimer acid was useful as an oily basis used for cosmetics. That is, the hydroxy compound concerning this invention is excellent in other compatibility or miscibilities with the oily basis generally used for cosmetics, while high viscosity and a high hydroxyl value are shown.

If it is in high viscosity (the shape of a paste), or solid cosmetics, it becomes possible to reduce the content of a compression agent [solid paraffin and vegetable waxes (candelilla, carnauba wax, hydrogenated castor oil, etc.)], and the state of preservation in configuration maintenance property [low temperature (5 degrees C) - an elevated temperature (45 degrees C) has little change.] It excels also in moistness (emollient nature).

[0020]

Furthermore, these cosmetics possessed moderate viscosity or moderate adhesiveness, emollient nature, or moistness, and completed a header and this invention for excelling in preservation stability, a practical use property, and skin safety.

[0021]

Namely, this invention,

- 1. Cosmetics characterized by containing hydroxy compound with which the reaction mol equivalent of diglycerol, isostearic acid, and dimer acid carries out condensation reaction, and is obtained by ratio of 1.0:1.0-2.0:0.5-0.9.
- 2. Hydroxy compounds are cosmetics given in said 1 which carries out the condensation reaction of diglycerol and the isostearic acid, obtains an ester compound, and is obtained by subsequently carrying out the condensation reaction of this ester compound and dimer acid.
- 3. Baboon DOROKISHI compounds are cosmetics given in said 1 or 2 which the reaction mol equivalent carries out the condensation reaction of diglycerol and the isostearic acid by the ratio of 1.0:1.0-2.0, and is characterized by obtaining an ester compound and the reaction mol equivalent condensing this ester compound and dimer acid by the ratio of 1.0:0.5-0.9 further.
- 4. Cosmetics given in either [which is characterized by for the viscosity (60 degrees C) of a hydroxy compound having 2,000-7,000, and a hydroxyl value in 2,000 25,000 mPa-s, and number average molecular weight having in the range of 30-80 / said] 1-3. It provides.

[Effect of the Invention]

[0022]

Since the hydroxy compound contained in this invention has various viscosity and the value of a hydroxyl value, it chooses the weighted solidity suitably and becomes possible [containing in cosmetics]. This invention possesses moderate viscosity and moderate adhesiveness, emollient nature, or moistness, and offers cosmetics excellent in preservation stability, a configuration maintenance property, a practical use property, and skin safety.

[Best Mode of Carrying Out the Invention]

[0023]

Each of diglycerols used by this invention, isostearic acid, and dimer acid was well-known raw material components, for example, in diglycerol, "K-COLII" by Asahi Denka Kogyo K.K. and isostearic acid used the product "isostearic acid EX" made from Higher-alcohol Industry, and dimer acid used "PRIPOL1009" by Uniqema.

[0024]

The hydroxy compound concerning this invention is the ratio (mol equivalent) of 1.0:1.0-2.0:0.5-0.9, and can manufacture diglycerol, isostearic acid, and dimer acid by the usual condensation reaction. As a catalyst, a sodium hydroxide, Para toluenesulfonic acid, a sulfuric acid, a hydrochloric acid, methansulfonic acid, 3 fluoride boron, hydrogen fluoride, etc. are applied. Preferably, like the aftermentioned, in this invention, it is a non-catalyst, and reacts, using benzene, toluene, etc. as a solvent. Furthermore, preferably, by reacting on condition that a non-catalyst and a non-solvent, repetitive repeatability is good, the hydroxy compound of uniform quality is obtained, and the hydroxy compound which a catalyst and a solvent did not remain and was excellent in skin safety is obtained.

[0025]

The manufacture (2nd process) approach which carries out the condensation reaction of diglycerol and the isostearic acid (the 1st process), subsequently adds dimer acid first, and is further condensed from it becoming a fault that reaction time starts for a long time as for the above-mentioned manufacture approach a little becomes [to shorten reaction time] possible and is desirable. In this case, as for the presentation of a raw material component, it is desirable that the ratio (mol equivalent) of diglycerol, isostearic acid, and dimer acid is 1.0:1.0-2.0:0.5-0.9.

Here, the thing of a hydroxyl value of the range of 150-330 is desirable, and especially the property of the diglycerol of the 1st process and the condensate of isostearic acid is made to react further using the specified quantity of the dimer acid corresponding to this, and becomes easy [adjusting and manufacturing the viscosity of the hydroxy compound made into the object and a hydroxyl value].

[0027]

The measuring method of number average molecular weight is measurement of the relative molecular weight distribution of the polystyrene conversion by GPC (gel permeation chromatography), and is based on the following conditions.

東ソー(株)製 SC-8010システム 測定機種 Shodex KF-800D+KF-805L ×2本 カラム 溶離液 THF カラム恒温槽 40℃ 温度 流速 1.0 mL/min 約 0.2 wt%/vol% 濃度 注入量 100 µL 溶解性 完全溶解 検出器 示差屈折計(R1)

[0028]

The weighted solidity of the hydroxy compound which indicated the synthetic examples 1-9 and the examples 1-6 of comparison composition below, and was obtained is indicated to a table 1. [0029]

The synthetic example 1 (a catalyst, those with a solvent)

In 4 opening flask of 1000mL(s) which attached stirring equipment, a thermometer, nitrogen gas installation tubing, and the Dean Stark moisture meter and a capacitor Three components of diglycerol 133g (0.80 mols), 341g (1.20 mols) of isostearic acid, and 337g (0.60 mols) of dimer acid, Toluene is taught as a solvent, 0.32g of sodium hydroxides is taught as 160mL(s) and a catalyst, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with a small quantity (10 mL/min) sink, and it was made to react, distilling off carrying out azeotropy of the generation water to a solvent. The reaction (about 5 hours) was suspended and it took out after cooling to 80 degrees C in the place whose distillate of water was lost. After adding solvent (toluene) 400mL to this and reducing viscosity, 22g (GAREON ground made from Mizusawa Chemistry) of activated clay was added, it filtered after 30-minute stirring at about 80 degrees C, and adsorption treatment of the catalyst was carried out. The hydroxy compound and 625g of light yellow high viscosity oily matter which removes a solvent using a rotary evaporator and targets this filtrate were obtained. (diglycerol: -- isostearic acid: -- it is the reaction mol equivalent ratio of dimer acid =1.0:1.5:0.75.)

The synthetic example 2 (with a catalyst and no solvent)

Using the same equipment as the synthetic example 1, three components of diglycerol 133g (0.80

mols), 341g (1.20 mols) of isostearic acid, and 337g (0.60 mols) of dimer acid are taught, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react, distilling off generation water. The reaction (about 6 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and a hydroxy compound and 767g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Isostearic acid: Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.5:0.75) [0031]

The synthetic example 3 (with a catalyst and no solvent)

Using the same equipment as the synthetic example 1, three components of diglycerol 133g (0.80 mols), 228g (0.80 mols) of isostearic acid, and 359g (0.64 mols) of dimer acid are taught, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react, distilling off generation water. The reaction (about 6 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and a hydroxy compound and 682g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Isostearic acid: Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.0:0.8) [0032]

The synthetic example 4 (with a catalyst and no solvent)

Using the same equipment as the synthetic example 1, three components of diglycerol 133g (0.80 mols), 273g (0.96 mols) of isostearic acid, and 269g (0.48 mols) of dimer acid are taught, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react, distilling off generation water. The reaction (about 6 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and a hydroxy compound and 640g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Isostearic acid: Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.2:0.6) [0033]

The synthetic example 5 (a catalyst, those with a solvent)

Using the same equipment as the synthetic example 1, toluene is taught as diglycerol 133g (0.8 mols), 341g (1.20 mols) of isostearic acid, and a solvent, 0.28g of sodium hydroxides is taught as 160mL(s) and a catalyst, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with a small quantity (10 mL/min) sink, and it was made to react, distilling off carrying out azeotropy of the generation water to a solvent. The reaction (about 5 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and diglycerol isostearic acid ester and 452g (hydroxyl value: 229) of light yellow viscosity oily matter were obtained. Obtained 450g of esterification objects and 224g (0.40 mols) of dimer acid were added to said equipment, and the reaction was continued further. The reaction (about 5 hours) was suspended and it took out after cooling to 80 degrees C in the place whose distillate of water was lost. After adding solvent (toluene) 350mL to this and reducing viscosity, 17g of the same activated clay as the synthetic example 1 was added, it filtered after 30-minute stirring at about 80 degrees C, and adsorption treatment of the catalyst was carried out. The solvent was removed for this filtrate using the rotary evaporator, and a hydroxy compound and 611g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Isostearic acid: Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.5:0.5)

The synthetic example 6 (with a catalyst and no solvent)

Using the same equipment as the synthetic example 1, diglycerol 133g (0.8 mols) and 341g (1.2 mols) of isostearic acid are taught, and nitrogen is heated at 200-220 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react, distilling off generation water. The reaction (about 6 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and diglycerol isostearic acid ester and 452g (hydroxyl value: 232) of light yellow viscosity oily matter were obtained. Obtained 450g of esterification objects and 224g (0.40 mols) of dimer acid are prepared, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react to it, distilling off generation water to said equipment. The reaction (about 6 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and a hydroxy compound and 662g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Isostearic acid: Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.5:0.5) [0035]

The synthetic example 7 (with a catalyst and no solvent)

Using the same equipment as the synthetic example 1, diglycerol 133g (0.8 mols) and 432g (1.52 mols) of isostearic acid are taught, and nitrogen is heated at 200-220 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react, distilling off generation water. The reaction (about 6 hours) was suspended

in the place whose distillate of water was lost, and diglycerol isostearic acid ester and 537g (hydroxyl value: 151) of light yellow viscosity oily matter were obtained. Obtained 535g of esterification objects and 224g (0.4 mols) of dimer acid are prepared, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react to it, distilling off generation water to said equipment. The reaction was suspended in the place (about 6 hours) whose distillate of water was lost, and a hydroxy compound and 747g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Isostearic acid: Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.9:0.5) [0036]

The synthetic example 8 (with a catalyst and no solvent)

Using the same equipment as the synthetic example 1, diglycerol 133g (0.80 mols) and 341g (1.2 mols) of isostearic acid are taught, and nitrogen is heated at 200-220 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react, distilling off generation water. The reaction (about 6 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and diglycerol isostearic acid ester and 452g (hydroxyl value: 233) of light yellow viscosity oily matter were obtained. Obtained 450g of esterification objects and 291g (0.52 mols) of dimer acid are prepared, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react to it, distilling off generation water to said equipment. The reaction (about 6 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and a hydroxy compound and 724g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Isostearic acid: Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.5:0.65)
[0037]

The synthetic example 9 (with a catalyst and no solvent)

Using the same equipment as the synthetic example 1, diglycerol 133g (0.8 mols) and 250g (0.88 mols) of isostearic acid are taught, and nitrogen is heated at 200-220 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react, distilling off generation water. The reaction (about 6 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and diglycerol isostearic acid ester and 383g (hydroxyl value: 322) of light yellow viscosity oily matter were obtained. Obtained 383g of esterification objects and 359g (0.64 mols) of dimer acid are prepared, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react to it, distilling off generation water to said equipment. The reaction (about 6 hours) was suspended in the place whose distillate of water was lost, and a hydroxy compound and 703g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Isostearic acid: Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.1:0.8) [0038]

The example 1 (triglycerol, isostearic acid, dimer acid condensate) of comparison composition Using the same equipment as the synthetic example 1, triglycerol 120g (0.5 mols) and 285g (1.0 mols) of isostearic acid are taught, and nitrogen is heated at 200-220 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react, distilling off generation water. The reaction was suspended in the place whose distillate of water was lost, and triglycerol isostearic acid ester was obtained. Obtained 387g of esterification objects and 56g (0.10 mols) of dimer acid are prepared, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react to it, distilling off generation water to said equipment. The reaction was suspended in the place whose distillate of water was lost, and a hydroxy compound and 483g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Patent reference 1 reference.) With no publication of a synthetic example.

The example 2 (a glycerol, dimer acid condensate) of comparison composition 175.0g [of hydrogenation dimer acid] (Uniqema make, PRIPOL1010) (0.304 mols) and glycerol 55.98g (0.608 mols) was taught to the reactor of 500mL(s) equipped with an agitator, a thermometer, and gas installation tubing, and the esterification reaction was performed for 3 hours, distilling off the water generated at 220-240 degrees C among a nitrogen air current. Subsequently, by distilling off an unreacted glycerol under reduced pressure, glycerol hydrogenation dimer acid ester 187.1g which is the specified substance was obtained as colorless hyperviscous oily matter. By the high viscosity product, stirring was difficult. (Patent reference 2 reference.)

The example 3 (hydrogenated castor oil, dimer acid condensate) of comparison composition In an agitator, a thermometer, reflux equipment, and 4 opening flask of glass 5L equipped with the

nitrogen gas supply nozzle 2000g (the Kawaken Fine Chemicals Co., Ltd. make, castor seed **P) (1.92 mols) of hydrogenated castor oil, 549.6g (0.96 mols) of dimer acid, toluene 200mL, Add 8.2g of Para toluenesulfonic acid, and it heats at 220 degrees C under a nitrogen air current. After reacting until the acid number became two or less, cooling and toluene 1000mL were added to 80 degrees C, warm water washing was carried out, except for the catalyst, toluene was distilled off under reduced pressure and oligomer 2515g of hydrogenated castor oil and dimer acid was obtained. (Patent reference 4 reference.)

The example 4 (dimer acid, dimer diol, isostearyl alcohol) of comparison composition the reactor of 1L equipped with an agitator, a thermometer, and gas installation tubing -- hydrogenation dimer acid (the Uniqema make --) PRIPOL1006 200g (0.348 mols) and dimer diol (the Uniqema make --) PRIPOL2033 137g (0.253 mols), heptane 137g, 1.3g of Para toluenesulfonic acid was prepared, the esterification reaction was performed for 3 hours, distilling off the water generated at 100-110 degrees C among a nitrogen air current, and the dimer acid dimer diol oligomer ester which is an intermediate product was obtained. Isostearyl alcohol (cog varnish company make, Speziol C18 ISOC) 47.9g (0.181 mols) was further taught to this, and the esterification reaction was performed for 5 hours, distilling off the water generated at 105-110 degrees C among a nitrogen air current. It obtained as target ester 355g light yellow hyperviscous oily matter by removing by rinsing the catalyst which remains after cooling, and subsequently collecting the heptanes of a solvent. (Patent reference 5 reference.)

[0042] The example 5 (diglycerol, isostearic acid, dimer acid condensate) of comparison composition Three components of diglycerol 133g (0.80 mols), 341g (1.20 mols) of isostearic acid, and 449g (0.80 mols) of dimer acid are taught, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react to it, distilling off generation water in 4 opening flask of 1000mL(s)

which attached stirring equipment, a thermometer, nitrogen gas installation tubing, and the Dean Stark moisture meter and a capacitor. Before the distillate of water was lost, viscosity went abruptly up, it became stirring difficulty, and the reaction was suspended for (about 2 hours). The obtained hydroxy compound was 870g of yellow rubber-like objects, and was difficult handling. Moreover, it hardly dissolved also in a solvent (tetrahydrofuran), but physical-properties measurement of the obtained hydroxy compound and a chemical analysis were difficult to carry out. (Isostearic acid:

Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.5:1.0)

[0043]

[0041]

The example 6 (diglycerol, isostearic acid, dimer acid condensate) of comparison composition Using the same equipment as the example 5 of comparison composition, three components of diglycerol 133g (0.80 mols), 341g (1.20 mols) of isostearic acid, and 224g (0.40 mols) of dimer acid are taught, and nitrogen is heated at 200-215 degrees C with 50 mL/min sink, and it was made to react, distilling off generation water. The reaction was suspended in the place (about 6 hours) whose distillate of water was lost, and a hydroxy compound and 662g of light yellow high viscosity oily matter were obtained. (Isostearic acid: Diglycerol: dimer acid = 1.0:1.5:0.4)

To a table 1, the weighted solidity of the synthetic examples 1-9 and the examples 1-6 of comparison composition is indicated.

[0045]

[A table 1]

合成例 1~9、比較合成例 1~6 に記載のヒドロキシ化合物の特性値

	粘度 (mPa·s、60℃)	数平均分子量	水酸基価	酸価
合成例 1	3500	4200	38.8	2.2
合成例 2	6900	5000	40.3	3.0
合成例 3	8400	5800	68.6	2.7
合成例 4	3900	3900	79.4	1.7
合成例 5	2500	2600	70.1	1.8
合成例 6	3100	3100	72.5	2.1
合成例 7	3000	2900	38.8	1.9
合成例 8	4600	4600	54.3	2.4
合成例 9	21000	6100	40.5	3.3
比較合成例 1	14900	2000	110.3	3.4
比較合成例 2	27000	2300	158.7	0.0
比較合成例3	4400	3600	81.7	0.7
比較合成例 4	4200	14800	3.4	0.9
比較合成例 5	35000	測定困難	測定困難	測定困難
比較合成例 6	1300	1900	93.0	2.4

[0046]

Example 1 of a trial Compatibility of a hydroxy compound

The compatibility trial of the esterification object of the dimer acid obtained in the synthetic example and the example of comparison composition was carried out. The oily basis (90 mass %) usually used as cosmetics was used for the test method, and after it dissolved in homogeneity the mixture with which the esterification objects (10 mass %) of dimer acid become respectively at 80-90 degrees C, it carried out stirring cooling to 50 degrees C, and saved it in the 25-degree C thermostatic chamber. Viewing estimated the condition of one week after. an assessment result -- those with compatible -- "O" -- it became muddy, or a little, separation was indicated to "**" and full separation was indicated to a notation example of "x" and a table 2.

[0047]

[A table 2]

油性基剤	合成例3の エステル	合成例 7 の エステル	合成例9のエステル	比較合成例 1 のエステル	比較合成例 2 のエステル	比較合成例: のエステル
スクワラン	×	×	×	×	×	×
トリイソステアリン酸ポリグリセリルー2	0	0	0	0	0	Δ
リンゴ酸ジイソステアリル	0	0	0	0	0	Δ
イソノナン酸イソトリテングル	0	0	0	0	Δ	×
エチルヘキサン酸セチル	0	0	0	0	Δ	×
エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	. 0	0	0	0	Δ	×
ジエチルヘキサン酸ネオベンチルグリコール	0	0	0.	Δ	×	×
トリエチルヘキサノイン	0	0	0	Δ	×	×
トリエチルヘキサン酸トリメチロールプロパン	0	0	0	Δ	×	×
テトラエチルヘキサン酸ヘウンタエリスリチル	0	0	0	Δ	×	×
テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル	0	0	0	×	Δ	×

[0048]

Example 2 of a trial Water holding [of a hydroxy compound] (moistness)

The water holding trial of the esterification object of the dimer acid obtained in the synthetic example and the example of comparison composition was carried out. 10g weighing capacity of the esterification object (35 degrees C) of dimer acid was carried out to the container which kept it warm at 35 degrees C, 35-degree C purified water was dropped, and it scoured, and was crowded, and when it became impossible to have mixed water to homogeneity, it considered as termination. After saving at 25 degrees C for 24 hours, the ratio of the measured amount of rise of water and the sample weight at the time of initiation was computed as ****** (%), and this ****** estimated. As for "O", and 200% or more less than 300% of thing, ****** displayed the assessment result by "**", as for "O" and less than 200% of thing, and 300% or more of thing indicated to a table 3.

[A table 3]

合成例 1 の	合成例 6 の	合成例 8 の
エステル	エステル	エステル
©	©	0
比較合成例 1 の	比較合成例 2 の	比較合成例 4 の
エステル	エステル	エステル
0	0	Δ

Although the ester of the example 2 of comparison composition is excellent in water holding, it is lacking in compatibility with other oily bases like a publication to a table 2. [0050]

Example 3 of a trial Solubility with polyamide resin

The soluble trial with the esterification object of the dimer acid obtained in the synthetic example and the example of comparison composition and the polyamide resin (it indicates to a table 5) which is a thickener was carried out. After the test method dissolved in homogeneity the mixture with which the esterification objects (95 mass %) of dimer acid and polyamide resin (5 mass %) become respectively at 90-100 degrees C, it carried out stirring cooling to 50 degrees C, and was saved in the

25-degree C thermostatic chamber. Viewing estimated the condition of one week after. what has transparency high [an assessment result] -- "O" -- it became muddy, or a little, separation was indicated to "**" and full separation was indicated to a notation example of "x" and a table 4.

[A table 4]

エステル化合物	合成例 2	合成例 4	合成例 5	比較合成例 2	比較合成例 3	比較合成例 4
ポリアミド樹脂	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド
評価結果	0	0	0	0	×	Δ

エステル化合物	合成例 2	合成例 4	合成例 5	比較合成例 2	比較合成例 3	比較合成例 4
ポリアミド樹脂	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド
評価結果	.0	0	0	0	×	Δ

As shown in a table 4, the esterification object indicated by the synthetic example had good solubility with polyamide resin, and the transparent solid gelation object was obtained. As compared with the thickener (compression agent) of other oily bases, it excels in the thickening effectiveness. [0052]

As shown in tables 3 and 4, it is clear that the hydroxy compound's used for this invention all are excellent in solubility (miscibility).

[0053]

An O/W cream, a W/O cream, SANKEAKU ream, a shampoo, a rinse, hair treatment, a hair wax, a lip cream, a lipstick, paste-like lip gloss, solid-like lip gloss, foundation, etc. are mentioned to the cosmetics of this invention.

[0054]

Although an example explains this invention concretely below, this invention can contain suitably the cosmetics raw material which is not limited to these publications and used for usual in the range which attains the object of this invention. By harnessing each property and choosing the hydroxy compound contained in this invention, the cosmetics suitable for the object became possible [being obtained easily].

[0055]

Examples 1-13 and the examples 1-13 of a comparison were prepared, and the assessment approach shown below estimated a practical use property, preservation stability, and skin safety. The raw material component used for the example and the example of a comparison was indicated to a table 5.

[0056]

[A table 5]

実施例及び比較例に使用した原料成分

製品名	成分名	サプライヤー
DPG-RF	DPG	クラレ
オリーブスクワラン	スクワラン	高級アルコール工業
ICEH	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	高級アルコール工業
ベヘニルアルコール 65	ベヘニルアルコール	高級アルコール工業
NIKKOL DGMS	ステアリン酸ポリグリセリル-2	日光ケミカルズ
NIKKOL Decaglyn 1-SV	ステアリン酸ポリグリセリル-10	日光ケミカルズ
リソレックス PGL101	ラウリン酸ポリグリセリル-10	高級アルコール工業
NIKKOL SS-10	ステアリン酸ソルビタン	日光ケミカルズ
TSF451-100A	ジメチコン	東芝シリコーン
ジオール PD	ベンチレングリコール	高級アルコール工業
トリオール VE	グリセリン	高級アルコール工業
アミソフト HS-11(P)	ステアロイルグルタミン酸Na	味の素
KELTROL T	キサンタンガム	三品
カーボポール ETD2050	カルポマー	日光ケミカルズ
リソレックス PGIS21	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	高級アルコール工業
リソレックス PGIS32	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-3	高級アルコール工業
リソレックス PGIS101	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	高級アルコール工業
KAK NDO	ジェチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	高級アルコール工業
レオパール TT・	(パルミチン酸/エチルヘキサン酸)デキストリン	千葉製粉
精製マイクロクリスタリンワックス	マイクロクリスタリンワックス	日興リカ
MT-100TV	酸化チタン、水酸化アルミニウム、ステアリン酸	テイカ
エコオイル RS	ホホバ油	高級アルコール工業
リソレックス PGIS23	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	高級アルコール工業
リソカスタ MIS	イソステアリン酸水添ヒマシ油	高級アルコール工業
ポエム V-100	ステアリン酸グリセリル	理研ビタミン
アムレプス PC	パルミチン酸セチル	高級アルコール工業
セトステアリルアルコール	セトステアリルアルコール	高級アルコール工業
アーカード 22-80	ベヘントリモニウムクロリド	ライオン
カチオン DS	クオタニウム-18	三洋化成工業
エマレックス 606	ステアレス-8	日本エマルジョン
エマレックス 603	ステアレス-3	日本エマルジョン
⊁ローズ 60SH-4000	ヒドロキシブロピルメチルセルロース	信越化学工業
リポフロー MN	ポリクオタニウム-7	ライオン
プロモイス シルク-1000Q	加水分解シルク	成和化成
BY22-029	高重合メチルポリシロキサン(1)	東レ・ダウコーニング・シリコーン
ネオライト 200P	ネオベンタン酸オクチルドデシル	高級アルコール工業
KAK TTI	トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン	高級アルコール工業
セレシン SP1020	セレシン	伊那貿易商会
ポリワックス 500	ポリエチレン	東洋ペトロライト

製品名	成分名	サプライヤー
ハイマレート DIS	リンゴ酸ジイソステアリル	高級アルコール工業
イーミックス-D	トコフェロール	エーザイ
NPDC	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	高級アルコール工業
KAK PTI	テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル	高級アルコール工業
CANDELILLA WAX SP-75	キャンデリラワックス	STRAHL & PITSCH INC.
タイペーク CR-30	酸化チタン	石原産業
ペンガラ	酸化鉄	癸巳化成
赤色226号	赤226	癸巳化成
Timiron MP-115	酸化チタン、マイカ	メルクジャパン
カチナール HC-100	ポリグオタニウム-10	東邦化学工業
オパゾリン LB-SF	ラウリルベタイン、水	東邦化学工業
アミゾール CDE	コカミドDEA	川研ファインケミカル
エルファコス GT 282S	セチアレス-60ミリスチルグリコール	ライオン
ネオスコープ CN-30SF	ココイルメチルタウリンNa、水	東邦化学工業
アルスコープ TH-330	ラウレス硫酸Na、水	東邦化学工業
GENAPOL PMS	ジステアリン酸グリコール	クラリアントジャパン
カチナール MPAS	ステアラミドプロピルベタイン	東邦化学工業
NIPAGIN M	メチルパラベン	クラリアントジャパン
ハイソルブ EPH	フェノキシエタノール	東邦化学工業
SH245	シクロメチコン	東レ・ダウコーニング・シリコー
J-68-NHS	タルク	米国 US Cosmetics
NHS-TRI-77891	酸化チタン	米国 US Cosmetics
NHS-Y-77492	酸化鉄 (黄酸化鉄)	米国 US Cosmetics
NHS-R-77491	酸化鉄 (赤酸化鉄)	米国 US Cosmetics
NHS-B-77499	酸化鉄 (黑酸化鉄)	米国 US Cosmetics
ESCALOL 557	メトキシケイヒ酸オクチル	ISP Technologies
CEH	エチルヘキサン酸セチル	高級アルコール工業
赤色201号	赤201	癸巳化成
赤色202号	赤202	癸巳化成
青色1号	青1	癸巳化成
Sylvaclear A200V	アミド末端ポリアミド	米国 Artzona CHEMICAL
KAK 139	イソノナン酸イソトリデシル	高級アルコール工業
DCグリッターゴールド	(PET/AI/エポキシ樹脂)ラミネート、酸化鉄	ダイヤケムコ
黄色5号	黄5	
Uniclear 100VG	エステル末端ポリアミド	米国 ArizonaCHEMICAL
KAK PTO	テトラエチルヘキサン酸ペンタエリスリチル	高級アルコール工業
KAK TTO	トリエチルヘキサン酸トリメチロールプロパン	高級アルコール工業

[0057]

The assessment approach

<1> practical-use property

Ten examiner-ed boys, ten women, and a total of 20 persons estimated 5 times in ten days using each example and the example of a comparison. It is the fitness of cosmetics to each evaluation criteria, such as the "feeling of oiliness" at the time of spreading, "adhesiveness", and "emollient nature". - Usually - From the maximum point 5, a minimum point 0 shows assessment of being bad, and the average of an evaluating point,

3.5-5.0-> "O" 2.5-3.4-> "**"

0 -2.4-> "X"

***** indicated, respectively.

<2> preservation stability

After saving an example and the example of a comparison for three months in a 45-degree C thermostatic chamber, and after [to which it goes and comes back 5 times to the thermostatic chamber which goes and comes back to -5 degrees C and 45 degrees C] carrying out period preservation, with the solid, the emulsification condition (existence of separation) was observed by sweating, discoloration, and the emulsification object, and appearances, such as separation and coloring, were observed by the liquefied object. "O" showed it, the assessment result made good the case where abnormalities were not accepted, when practically satisfactory at the case where abnormalities are accepted a little, "**" showed it, and it made the defect the case where abnormalities were accepted, and showed it by "x."

<3> skin safety

Lock out application with gauze is carried out for 24 hours using the adhesive bandage for circle type patch tests with which the lint cloth with a diameter of 1.0cm stuck to ten examiner-ed boys, ten persons' women, and a total of 20 persons' forearm flexor skin in 0.05g of samples. In accordance with the following valuation basis, judgment assessment of the skin condition of 20 examiners-ed 1 hour after adhesive bandage clearance and of 24 hours after is carried out. We decided to adopt the strong one [reaction] as assessment, while 1 hour after adhesive bandage clearance and of 24 hours after, and when (-) was 20 persons and "O" and (**) were 1 - a binary name, "**" and (**) showed by "x", when more than trinominal or (+) - (+++) was one or more persons. In addition, a shampoo, a rinse, and hair treatment made 0.5% of water solution the sample.

(Valuation basis)

(Skin condition) (assessment)

Erythema, an edema, bulla: (+++)

Erythema, edema: (++)

Erythema: (+)

Slight erythema: (**)

Non-erythema, non-edema: (-)

[Example]

[0058]

Example 1 Skin cream (O/W mold)

After dissolving A component and B component in 75-80 degrees C respectively at homogeneity, it joins stirring B component for A component, and emulsification by the homomixer is performed. Then, it cools to 30 degrees C, stirring.

		原料成分	%
(A)	1	DPG	10.00
••	2	スクワラン	8.00
-	3	合成例 1 のヒドロキシ化合物	2.00
-	4	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	7.00
•	5	ベヘニルアルコール	1.50
••	6	ステアリン酸ポリグリセリル-2	1.50
	7	ステアリン酸ポリグリセリル-10	1.50
•	8	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.50
•	9	ステアリン酸ソルビタン	1.00
•	10	ジメチコン	0.30
•	11	ペンチレングリコール	2.50
(B)	12	グリセリン	5.00
•	13	ステアロイルグルタミン酸Na	0.40
•	14	キサンタンガム	0.20
•	15	カルボマー	0.20
•	16	精製水	残量
	17	水酸化K	0.05

[0059]

Example 1 of a comparison Skin cream (O/W mold)

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 1 which is the component of an example 1, and the example 6 of comparison composition was used, and also skin cream was prepared like the example 1.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	1	0	0	0
比較例	1	Δ	Δ	0

Although a moderate feeling of oiliness was obtained and the skin cream of an example 1 showed good assessment, the skin cream of the example 1 of a comparison was what has a feeling of smeariness and is inferior to preservation stability.

[0060]

Example 2 Emollient cream (W/O mold)

After dissolving A component, B component, and C component in 75-80 degrees C respectively at homogeneity, it joins, stirring B component for A component (gel phase), it continues, and it joins gradually, stirring C component to a gel phase, and emulsification by the homomixer is performed. Then, it cools to 30 degrees C, stirring.

		原料成分	%
(A)	1	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	1.20
••	2	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-3	2.40
••	3	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	1.60
•	4	スクワラン	8.00
•	5	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	7.00
**	6	合成例 1 のヒドロキシ化合物	2.00
•	7	(パルミチン酸/エチルヘキサン酸)デキストリン	0.50
•	8	マイクロクリスタリンワックス	4.00
(B)	9	グリセリン	8.00
•	10	精製水	3.00
(C)	11	ペンチレングリコール	3.00
- •	12	精製水	残量

[0061]

Example 2 of a comparison Emollient cream (W/O mold)

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 1 which is the component of an example 2, and the example 1 of comparison composition was used, and also the emollient cream was prepared like the example 2.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	2	0	0	0
比較例	2	. Δ	Δ	0

Although a moderate feeling of oiliness was obtained and the good result was shown with the emollient cream of an example 2, the emollient cream of the example 2 of a comparison was what has a feeling of smeariness and is inferior to preservation stability.

[0062]

Example 3 Thunk ream (W/O mold)

Beforehand, components 5 and 6 are made to distribute a component 9 using a homomixer, and A component, B component, and C component are respectively dissolved in 75-80 degrees C at homogeneity. Then, it joins, stirring B component for A component (gel phase), it continues, and it joins gradually, stirring C component to a gel phase, and emulsification by the homomixer is performed. Then, it cools to 30 degrees C, stirring.

		原料成分	%
(A)	1	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	1.20
•	2	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-3	2.50
••	3	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	1.20
. ••	4	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.30
	5	スクワラン	8.00
•	6	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	8.00
•	7	合成例2のヒドロキシ化合物	1.00
•	8	(パルミチン酸/エチルヘキサン酸)デキストリン	0.50
•	9	シリコーン処理徴粒子酸化チタン	9.00
•	10	マイクロクリスタリンワックス	1.00
(B)	11	グリセリン	10.00
•	12	精製水	4.00
(C)	13	ペンチレングリコール	3.00
•	14	精製水	残量

[0063]

Example 3 of a comparison Thunk ream (W/O mold)

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 2 which is the component of an example 3, and the example 2 of comparison composition was used, and also thunk ream W/O was prepared like the example 3.

•	₽₩	$\mathbf{\pi}$	- 1
۲.	- 11	11III	
•	н 1	-	

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	3	0	0	0
比較例	3	Δ	0	0

The thunk ream of an example 3 had good stretch, although the feel which felt refreshed at the time of spreading was acquired, when the thunk ream of the example 3 of a comparison was applied to the skin, it was heavy, and a fault, like there is a feeling of smeariness was seen.

[0064]

Example 4 Hair treatment

Each component of an A phase, a B phase, and C phase is respectively heated at 75-80 degrees C, an A phase is joined in a B phase, dissolving and stirring to homogeneity, and emulsification by the homomixer is performed. Furthermore, C phase is applied to a previous phase (A+B), stirring, and it cools to 30 degrees C.

		原料成分	96
(A)	1	ホホバ油	1.00
•	2	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	3.00
•	3	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.50
	4	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	2.00
	5	イソステアリン酸水添ヒマシ油	1.00
	6	合成例 7 のヒドロキシ化合物	2.00
••	7	ステアリン酸グリセリル	1.00
	8	パルミチン酸セチル	0.50
	9	セトステアリルアルコール	4.40
	10	ベヘニルアルコール	1.10
	11	ベヘントリモニウムクロリド	2.70
	12	クオタニウム-18	0.40
•	13	DPG	2.00
	14	ステアレス-6	1.50
	15	ステアレス・3	1.50
	16	ジメチコン	1.00
(B)	17	ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.30
,	18	ペンチレングリコール	3.00
	19	ポリクオタニウム-7	1.00
	20	精製水	残量
	21	加水分解シルク	0.01
(C)	22	高重合メチルポリシロキサン(1)	1.00

[0065]

Example 4 of a comparison Hair treatment

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 7 which is the component of an example 4, and the example 3 of comparison composition was used, and also hair treatment was prepared like the example 4.

(評価)

	****	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	4	0	0	0
比較例	4	Δ	0	0

The hair treatment of an example 4 gave a moderate feeling of oiliness to the hair after a shampoo, and GOWATSUKI was not seen, either. On the other hand, the hair treatment of the example 4 of a

comparison showed adhesiveness with the expensive oils which remain, and produced sense of incongruity to hair.

[0066]

Example 5 Lip cream

After carrying out the homogeneity dissolution and carrying out degassing of all the components to 95-100 degrees C, it slushed into metal mold, it cooled and the lip cream was prepared.

	原料成分	96
1	合成例 4 のヒドロキシ化合物	17.00
2	ネオペンタン酸オクチルドデシル	24.00
3	トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン	22.99
4	マイクロクリスタリンワックス (融点: 78℃)	4.00
5	セレシン (融点: 73~76℃)	6.00
6	ポリエチレン (融点: 88℃)	5.00
7	リンゴ酸ジイソステアリル	15.00
8		6.00
9	トコフェロール	0.01

[0067]

Example 5 of a comparison Lip cream

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 4 which is the component of an example 5, and the example 2 of comparison composition was used, and also the lip cream was prepared like the example 5.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	5	0	0	0
比較例	5	Δ	Δ	0

The lip cream of an example 5 was a feel with it, and the degree-of-hardness change when saving at each temperature which is 5 degrees C, 25 degrees C, and 35 degrees C was what is excellent in a configuration maintenance property few (the degree of hardness in 5 degrees C: 0.35 Ns, 25 degrees C degree-of-hardness:0.25N, 35 degrees C degree-of-hardness:0.18N). [the good stretch at the time of spreading, and] [smooth] The lip cream of the example 5 of a comparison was what produces sweating and is inferior to preservation stability. Moreover, the degree-of-hardness change by the temperature change is large (the degree of hardness in 5 degrees C: 0.65 Ns, 25 degrees C degree-of-hardness:0.22N, 35 degrees C degree-of-hardness:0.08N), at the time of spreading, stretch was bad, and a fault, like a feeling of smeariness arises was seen.

Example 6 Lipstick

Beforehand, 3 rollers distributed to homogeneity, after the component 7, the component 9 - the component 11 carried out the homogeneity dissolution and carried out degassing of all remaining components and said remaining distributed object to 95-100 degrees C, it slushed into metal mold, it cooled and they prepared the lipstick.

	原料成分	- %
1	合成例 3 のヒドロキシ化合物	18.00
2	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	22.79
3	トリイソステアリン酸ペンタエリスリチル	19.00
4	マイクロクリスタリンワックス (融点: 78℃)	5.50
5	キャンデリラワックス (融点: 68~74℃)	5.80
6	ポリエチレン (融点: 88℃)	5.70
7	リンゴ酸ジイソステアリル	10.00
8	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	6.00
9	酸化チタン	1.00
10	酸化鉄 [ベンガラ]	1.20
11	赤色226号	0.20
12	酸化チタン、マイカ [酸化チタン被覆雲母]	4.80
13	トコフェロール	0.01

[0069]

Example 6 of a comparison Lipstick

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 3 which is the component of an example 6, and the example 4 of comparison composition was used, and also the lipstick was prepared like the example 6.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	6	0	0	0
比較例	6	Δ	0	0

It was that the degree-of-hardness change when saving at each temperature which elongation is good and is 5 degrees C, 25 degrees C, and 35 degrees C excels [that] in a configuration maintenance property few (the degree of hardness in 5 degrees C: 0.44 Ns, 25 degrees C degree-of-hardness:0.32N, 35 degrees C degree-of-hardness:0.15N) when the lipstick of an example 6 is applied to a lip. The lipstick of the example 6 of a comparison had the bad elongation at the time of spreading, and it was a thing inferior to a feeling of an activity. Moreover, the degree-of-hardness change by the temperature change was large. (The degree of hardness in 5 degrees C: 0.59 Ns, 25 degrees C degree-of-hardness:0.23N, 35 degrees C degree-of-hardness:0.06N)

Example 7 Conditioning shampoo

Beforehand, carry out the heating dissolution of the esterification object and components 3-4 of the synthetic example 5, and it joins, and also is the usual process, all components are made into heating homogeneity at 75-80 degrees C, and after carrying out dissolution distribution, it cools to 30 degrees C.

;	原料成分	%
1	ポリクオタニウム-10	1.00
2	精製水	残量
3	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	1.5
4	ラウリン酸ポリグリセリル-10	1.0
5	合成例 9 のヒドロキシ化合物	0.5
6	ラウリルペタイン (30%水溶液)	10.0
7	コカミドDEA	4.0
8	ラウリルジメチルアミンオキシド (30%水溶液)	1.0
9	セチアレス-60 ミリスチルグリコール	2.0
10	ココイルメチルタウリンNa (30%水溶液)	27.0
11	ラウレス硫酸Na (30%水溶液)	23.0
12	ジステアリン酸グリコール	2.0
13	ペンチレングリコール	3.0
14	ステアラミドプロピルジメチルアミン	0.3
15	クエン酸 (10%水溶液)	3.5
16	高重合メチルポリシロキサン(1)	0.3

[0071]

Example 7 of a comparison Conditioning shampoo

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 9 which is the component of an example 7, and the example 3 of comparison composition was used, and also the conditioning shampoo was prepared like the example 7.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	7	0	0	0
比較例	7	Δ	0	0

The shampoo of an example 7 gave a moderate feeling of oiliness to the hair after a shampoo, and GOWATSUKI was not seen, either. On the other hand, the hair treatment of the example 7 of a comparison showed adhesiveness with the expensive oils which remain, and produced sense of incongruity to hair.

[0072]

Example 8 Rinse

Each component of an A phase, a B phase, and C phase is respectively heated at 75-80 degrees C, an A phase is joined in a B phase, dissolving and stirring to homogeneity, and emulsification by the homomixer is performed. Furthermore, C phase is applied to a previous phase (A+B), stirring, and it cools to 30 degrees C.

		成分	96
(A)	1	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	1.00
••	2	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.50
••	3	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	1.00
••	4		1.00
	5		1.00
	.6	パルミチン酸セチル	0.50
**	7	セトステアリルアルコール	1.60
**	8	ベヘニルアルコール	0.40
•	9	ベヘントリモニウムクロリド	2.70
10	10	クオタニウム-18	0.30
	11	DPG	2.00
•	12	ステアレス-3	1.30
•	13	ステアレス-6	1.80
(B)	14	ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.40
,	15	DPG	1.25
•	16	メチルパラベン	0.11
•	17	フェノキシエタノール	0.50
•	18	ポリクオタニウム-7	1.00
	19	精製水	残量
,	20	加水分解シルク	0.01
(C)	21	高重合メチルポリシロキサン(1)	0.30
	22	クエン酸 (10%水溶液)	0.10
	23	クエン酸Na (10%水溶液)	0.40

[0073]

Example 8 of a comparison Rinse

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 7 which is the component of an example 8, and the example 6 of comparison composition was used, and also the rinse was prepared like the example 8.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	8	0	0	0
比較例	8	Δ	0	0

The rinse of an example 8 gave a moderate feeling of oiliness to the hair after a shampoo, and GOWATSUKI was not seen, either. On the other hand, the rinse of the example 8 of a comparison was bad as the comb after a shampoo, and a fault, like hair is caught in a comb was seen. [0074]

Example 9 Foundation

Performing stirring by the HOMODI spar, after dissolving a component 1 - a component 5, a component 11 - a component 12 at 90 degrees C, a component 6 - a component 10 are added and homogeneity distribution is carried out. Degassing is carried out, and near 75 degree C, it slushes into a metal dish etc. and casts.

原料成分	96
合成例 6 のヒドロキシ化合物	3.00
ポリエチレンワックス (融点: 88℃)	5.00
セレシン (融点: 73~76℃)	8.00
エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	残量
シクロメチコン	10.00
タルク	6.00
酸化チタン	10.00
酸化鉄 [赤酸化鉄]	1.50
酸化鉄 [黄酸化鉄]	3.00
酸化鉄 [黒酸化鉄]	1.50
メトキシケイヒ酸オクチル	2.00
トコフェロール	0.05
	合成例 6 のヒドロキシ化合物 ポリエチレンワックス (融点: 88°C) セレシン (融点: 73~76°C) エチルヘキサン酸ヘキシルデシル シクロメチコン タルク 酸化チタン 酸化鉄 [赤酸化鉄] 酸化鉄 [黄酸化鉄] 酸化鉄 [異酸化鉄] メトキシケイヒ酸オクチル

[0075]

Example 9 of a comparison Foundation

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 6 which is the component of an example 9, and the example 3 of comparison composition was used, and also foundation was prepared like the example 9.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	9	0	0	0
比較例	9	Δ	0	0

Although it does not have a feeling of smeariness when the foundation of an example 9 is applied to the skin, and excelled in usability, the foundation of the example 9 of a comparison was what a feeling of smeariness is seen after spreading and is inferior to usability.

[0076]

Example 10 Hair wax

A B phase is joined in an A phase, heating and carrying out the homogeneity dissolution and stirring each component of an A phase and a B phase at 75-80 degrees C, respectively, emulsification by the homomixer is performed, and it cools to 30 degrees C.

		原料成分	96
(A) 	1	合成例 8 のヒドロキシ化合物	3.0
	2	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	5.1
	3	セレシン	3.9
	4	キャンデリラワックス	5.2
	5	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	2.2
-	6	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	3.8
***	7	ジメチコン	2.0
	8	シクロメチコン	1.0
	9	ベヘニルアルコール	2.7
•	10	ステアリン酸グリセリル	2.7
•	11	ペンチレングリコール	3.0
	12	ステアレス-6	1.0
(B)	13	ステアロイルグルタミン酸Na	0.6
•	14	ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.6
•	15	精製水	残量

[0077]

Example 10 of a comparison Hair wax

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 8 which is the component of an example 10, and the example 1 of comparison composition was used, and also the hair wax was prepared like the example 10.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	10	0	0	0
比較例	10	Δ	0	0

The hair wax of an example 10 gave a moderate feeling of oiliness to hair at the time of spreading, and its set effectiveness of hair was also high. On the other hand, a feeling of smeariness was sensed at the time of spreading, and, as for the hair wax of the example 5 of a comparison, the bad fault as a comb was seen.

[0078]

Example 11 Paste-like lip gloss

The homogeneity dissolution of the components 1-5 is carried out at 70-80 degrees C, components 6-9 are added further and homogeneity mixing is carried out. It cooled to 30 degrees C, the suitable container was filled up, and paste-like lip gloss was obtained.

	原料成分	96
1	合成例 9 のヒドロキシ化合物	40.00
2	トリイソステアリン酸ペンタエリスリチル	35.00
3	エチルヘキサン酸セチル	3.00
4	リンゴ 酸 ジイソステアリル	13.77
5		5.00
6	酸化チタン	1.50
7	酸化鉄 [ペンガラ]	1.50
8	赤色201号	0.10
9	赤色202号	0.08
10	青色1号	0.05

[0079]

Example 11 of a comparison Paste-like lip gloss

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 9 which is the component of an example 11, and the example 2 of comparison composition was used, and also paste-like lip gloss was prepared like the example 11.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	11	0	0	0
比較例	11	Δ	Δ	0

A moderate feeling of a coat is given to a lip, smeariness also has little stretch well, and the paste-like lip gloss of an example 11 has little degree-of-hardness change by the temperature change. (Viscosity in 5 degrees C: 5400 mPa-s, 25 degrees C viscosity:3200 mPa-s, 35-degree C viscosity:2800 mPa-s) On the other hand, the lip gloss of the example 11 of a comparison was what produces a feeling of smeariness when it applies to a lip, and is inferior to usability. Moreover, the degree-of-hardness change by the temperature change is large. (Viscosity in 5 degrees C: 7200 mPa-s, 25 degrees C viscosity:2800 mPa-s, 35-degree C viscosity:1900 mPa-s) [0080]

Example 12 Lip gloss (pallet type)

The homogeneity dissolution of the components 1-6 is carried out at 90-100 degrees C, components 7-9 are added further and homogeneity mixing is carried out. Then, it slushed into the dished container, it cooled to 30 degrees C, and pallet type lip gloss was obtained.

	原料成分	%
1	合成例3のヒドロキシ化合物	25.00
2	アミド末端ポリアミド	6.00
3	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	36.50
4		8.00
5		15.00
6		6.00
7	合成金雲母	3.00
8	赤色201号	0.20
9	黄色5号	0.30

[0081]

Example 12 of a comparison Lip gloss (pallet type)

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 3 which is the component of an example 12, and the example 4 of comparison composition was used, and also pallet type lip gloss was prepared like the example 12.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	12	0	0	0
比較例	12	Δ	0	0

The pallet type lip gloss of an example 12 gives a moderate feeling of a coat to a lip, stretch is good and smeariness also has it. [little] On the other hand, when the lip gloss of the example 12 of a comparison was applied to a lip, there was few feeling of a coat, and it was a thing inferior to usability.

[0082]

Example 13 Lip gloss (pallet type)

The homogeneity dissolution of the components 1-6 is carried out at 90-100 degrees C, components 7-9 are added further and homogeneity mixing is carried out. Then, it slushed into the dished container, it cooled to 30 degrees C, and pallet type lip gloss was obtained.

.	原料成分	%
1	合成例 5 のヒドロキシ化合物	38.50
2	エステル末端ポリアミド	4.00
3	テトラエチルヘキサン酸ペンタエリスリチル	25.00
4	トリエチルヘキサン酸トリメチロールプロパン	10.00
5	リンゴ酸ジイソステアリル	12.00
6	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	5.00
7	(PET/AI/エポキシ樹脂)ラミネート、酸化鉄	5.00
8	赤色201号	0.20
9	黄色5号	0.30

[0083]

Example 13 of a comparison Lip gloss (pallet type)

Changed to the hydroxy compound of the synthetic example 5 which is the component of an example 13, and the example 6 of comparison composition was used, and also pallet type lip gloss was prepared like the example 13.

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	13	0	0	0
比較例	13	Δ	0	0

The pallet type lip gloss of an example 13 gives a moderate feeling of a coat to a lip, stretch is good and smeariness also has it. [little] On the other hand, when the lip gloss of the example 13 of a comparison was applied to a lip, there was few feeling of a coat, and it was a thing inferior to usability.

[Translation done.]